



Europos Sąjungos
Taryba

Briuselis, 2023 m. gegužės 2 d.
(OR. en)

Tarpinstitucinė byla:
2023/0124(COD)

8904/23
ADD 1

MI 357
ENT 89
ENV 440
CHIMIE 39
IND 210
CONSOM 153
SAN 227
IA 92
CODEC 762

PRIDEDAMAS PRANEŠIMAS

nuo:	Europos Komisijos generalinės sekretorės, kurios vardu pasirašo direktorė Martine DEPREZ
gavimo data:	2023 m. balandžio 28 d.
kam:	Europos Sąjungos Tarybos generalinei sekretorei Thérèse BLANCHET
Komisijos dok. Nr.:	COM(2023) 217 final
Dalykas:	Pasiūlymo dėl Europos Parlamento ir Tarybos reglamento dėl ploviklių ir paviršinio aktyvumo medžiagų, kuriuo iš dalies keičiamas Reglamentas (ES) 2019/1020 ir panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 648/2004, PRIEDAI

Delegacijoms pridedamas dokumentas COM(2023) 217 final.

Pridedama: COM(2023) 217 final

Briuselis, 2023 04 28
COM(2023) 217 final

ANNEXES 1 to 8

PRIEDAI

prie

pasiūlymo dėl Europos Parlamento ir Tarybos reglamento

**dėl ploviklių ir paviršinio aktyvumo medžiagų, kuriuo iš dalies keičiamas Reglamentas
(ES) 2019/1020 ir panaikinamas Reglamentas (EB) Nr. 648/2004**

{SEC(2023) 170 final} - {SWD(2023) 113 final} - {SWD(2023) 114 final} -
{SWD(2023) 115 final}

I PRIEDAS

4 STRAIPSNYJE NURODYTI BIOLOGINIO SKAIDUMO REIKALAVIMAI

PAVIRŠINIO AKTYVUMO MEDŽIAGŲ IR PLOVIKLIUOSE ESANČIŲ PAVIRŠINIO AKTYVUMO MEDŽIAGŲ VISIŠKO BIOLOGINIO SKAIDUMO KRITERIJAI IR BANDYMO METODAI

1. Šiame reglamente visiško paviršinio aktyvumo medžiagų biologinio skaidumo laboratorinių bandymų pamatinis metodas yra pagrįstas standartu EN ISO 14593: 1999 (viršutinės erdvės CO₂ tyrimas).
2. Paviršinio aktyvumo medžiagos ir plovikliuose esančios paviršinio aktyvumo medžiagos turi būti visiškai biologiškai skaidžios, kaip nustatyta pagal 3 punkte nustatytus kriterijus.
3. Paviršinio aktyvumo medžiagos ir plovikliuose esančios paviršinio aktyvumo medžiagos laikomos visiškai biologiškai skaidžiomis, jei jos atitinka vieną iš šių kriterijų:
 - (a) biologinio skaidumo (mineralizacijos) lygis yra ne mažesnis kaip 60 % per 28 dienas, matuojant pagal vieną iš toliau nurodytų bandymo metodų:
 - i) EN ISO standartas 14593: 1999. Vandens kokybė. Organinių junginių visiško aerobinio biologinio skaidomumo vandens terpėje įvertinimas. Neorganinės anglies uždaruose induose analizės metodas (viršerdvės CO₂ tyrimas);
 - ii) C.4.-C metodas. Anglies dioksido (CO₂) išsiskyrimo bandymas (modifikuotas *Sturm* bandymas), aprašytas Komisijos reglamento (EB) Nr. 440/2008¹ priedo C dalies IV dalyje;
 - iii) C.4-D metodas. Manometrinės respirometrijos bandymas, aprašytas Reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo C dalies V dalyje;
 - iv) C.4-E metodas. Uždarosios kolbos (angl. *closed bottle*) metodas, aprašytas Reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo C dalies VI dalyje;
 - v) Japonijos tarptautinės prekybos ir pramonės ministerijos (M.I.T.I.) C.4-F metodas, aprašytas reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo C dalies VII dalyje;
 - vi) ISO 10708: 1997. Vandens kokybė. Organinių junginių visiško aerobinio biologinio skaidomumo vandeninėje terpėje įvertinimas. Biocheminio deguonies poreikio nustatymas dviejų etapų uždarojo butelio bandymu;
 - (b) biologinio skaidumo (mineralizacijos) lygis yra ne mažesnis kaip 70 % per 28 dienas, matuojant pagal vieną iš toliau nurodytų bandymo metodų:
 - i) C.4-A metodas. Ištirpusios organinės anglies išnykimo metodas, aprašytas Reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo C dalies II dalyje;

¹ 2008 m. gegužės 30 d. Komisijos reglamentas (EB) Nr. 440/2008, nustatantis bandymų metodus pagal Europos Parlamento ir Tarybos reglamentą (EB) Nr. 1907/2006 dėl cheminių medžiagų registracijos, įvertinimo, autorizacijos ir apribojimų (REACH) (OL L 142, 2008 5 31, p. 1).

- ii) C.4-B metodas. Modifikuotas OECD atrankos tyrimas, aprašytas Reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo C dalies III dalyje.

Išankstinė adaptacija ir 10 parų sąlyga netaikoma nė vienam iš a ir b punktuose nurodytų bandymo metodų.

- 4. 3 punkte nurodytus bandymus atlieka laboratorijos, atitinkančios bet kurią iš toliau nurodytų sąlygų:
 - (a) laboratorijos laikosi Europos Parlamento ir Tarybos direktyvoje 2004/10/EB² nustatytų geros laboratorinės praktikos principų arba lygiaverčiais pripažintų tarptautinių standartų;
 - (b) laboratorijos yra akredituotos pagal Reglamente (EB) Nr. 765/2008 nurodytą laboratorijų standartą.

²

2004 m. vasario 11 d. Europos Parlamento ir Tarybos direktyva 2004/10/EB dėl įstatymų ir kitų teisės aktų, susijusių su geros laboratorinės praktikos principų taikymu ir jų taikymo cheminių medžiagų tyrimams patikra, suderinimo (OL L 50, 2004 2 20, p. 44).

II PRIEDAS

REIKALAVIMAI, TAIKOMI 5 STRAIPSNYJE NURODYTIEMS PLOVIKLIAMS, KURIŲ SUDĖTYJE YRA MIKROORGANIZMŲ

1. Mikroorganizmai, kurių specialiai įdedama į ploviklius, turi atitikti šias sąlygas:
 - (a) jie turi būti identifikuojami Amerikos kultūrų tipų kolekcijos (ATCC) numeriu, priklausyti tarptautiniu mastu pripažintos saugyklos (*International Depository Authority*, IDA) kolekcijai arba jų DNR turi būti identifikuota pagal padermių identifikavimo protokolą (naudojant 16S ribosominės DNR sekoskaitos arba lygiavertį metodą);
 - (b) jie turi būti:
 - i) priskiriami biologinių veiksnių darbe 1 rizikos grupei, apibrėžtai Direktyvoje 2000/54/EB;
 - ii) įrašyti į Europos maisto saugos agentūros nustatytą sąrašą, kuriame nurodyti kvalifikuotos saugos prielaidos (KSP) principą atitinkantys mikroorganizmai.

Šis punktas netaikomas mikroorganizmams, specialiai įdėtiems į ploviklius, kurie rinkai pateikiami mokslinių tyrimų ir plėtros tikslais.
2. Taikant nurodytus arba lygiaverčius bandymo metodus užtikrinama, kad jokioje į galutinį gaminį įdėtoje padermėje nebūtų toliau nurodytų patogeninių mikroorganizmų:
 - (a) *E. Coli*, bandymo metodas ISO 16649-3:2005;
 - (b) *Streptococcus (Enterococcus)*, bandymo metodas ISO 21528-1:2004;
 - (c) *Staphylococcus aureus*, bandymo metodas ISO 6888-1;
 - (d) *Bacillus cereus*, bandymo metodas ISO 7932:2004 arba ISO 21871;
 - (e) *Salmonella*, bandymo metodas ISO 6579:2002 arba ISO 19250.
3. Specialiai įdėti mikroorganizmai neturi būti genetiškai modifikuoti mikroorganizmai.
4. Specialiai įdėti mikroorganizmai turi būti, neskaitant natūralaus atsparumo, jautrūs visoms penkioms pagrindinėms antibiotikų klasėms, t. y. aminoglikozidams, makrolidams, beta laktaminiams antibiotikams, tetraciklinams ir fluorochinolonams, pagal Europos antimikrobinio jautrumo tyrimo komiteto (EUCAST) disko difuzijos ar lygiavertį metodą;
5. Pateikiant rinkai, viename mililitre ploviklio, kurio sudėtyje yra mikroorganizmų, standartinis mikroorganizmų skaičius turi būti ne mažesnis nei 1×10^5 kolonijų sudarančių vienetų (KSV), skaičiuojant pagal ISO 4833-1:2014.
6. Minimalus ploviklio, kurio sudėtyje yra mikroorganizmų, laikymo trukmė turi būti ne trumpesnė kaip 24 mėnesiai ir mikroorganizmų skaičius kas 12 mėnesių turi sumažėti ne daugiau kaip 10 %, skaičiuojant pagal ISO 4833-1:2014.
7. Mikroorganizmų, esančių plovikliuose, kurie rinkai pateikiami kaip purškalai, ūmaus toksiškumo įkvėpus bandymo, atlikto pagal Reglamento (EB) Nr. 440/2008 priedo B dalyje aprašytą B.2 bandymo metodą, rezultatai turi būti neigiami.
8. Plovikliai, kurių sudėtyje yra mikroorganizmų, nepateikiami rinkai pildoma forma.

9. Visi gamintojo teiginiai apie gaminyje esančių mikroorganizmų poveikį turi būti pagrįsti trečiosios šalies tyrimais.
10. Etiketėje ar kokiais nors kitais būdais draudžiama tvirtinti ar užsiminti, kad ploviklis turi antimikrobinį arba dezinfekuojamąjį poveikį, nebent ploviklis atitinka Reglamentą (ES) Nr. 528/2012.
11. 2, 5, 6, 7 ir 9 punktuose nurodytus tyrimus atlieka laboratorijos, atitinkančios bet kurią iš šių sąlygų:
 - (a) laboratorijos laikosi Europos Parlamento ir Tarybos direktyvoje 2004/10/EB³ nustatytų geros laboratorinės praktikos principų arba lygiaverčiais pripažintų tarptautinių standartų;
 - (b) laboratorijos yra akredituotos pagal Reglamente (EB) Nr. 765/2008 nurodytą laboratorijų standartą.

³ 2004 m. vasario 11 d. Europos Parlamento ir Tarybos direktyva 2004/10/EB dėl įstatymų ir kitų teisės aktų, susijusių su geros laboratorinės praktikos principų taikymu ir jų taikymo cheminių medžiagų tyrimams patikra, suderinimo (OL L 50, 2004 2 20, p. 44).

III PRIEDAS

FOSFATŲ IR KITŲ FOSFORO JUNGINIŲ, NURODYTŲ 6 STRAIPSNYJE, KIEKIO APRIBOJIMAI

Ploviklis	Apribojimai
Plataus vartojimo skalbikliai	Nepateikiami rinkai, jeigu bendras fosforo kiekis lygus arba didesnis nei 0,5 gramo rekomenduojamame ploviklio kiekyje, kurį reikėtų naudoti skalbimo proceso pagrindiniam skalbimo ciklui, standartiniam skalbyklės pakrovimui, kaip nurodyta V priedo B dalyje, ir kai naudojamas vanduo yra kietas: – „įprastai nešvariems“ skalbiniams, jei naudojami stiprūs plovikliai; – „šiek tiek nešvariems“ skalbiniams, jei naudojami gležnų audinių skalbikliai.
Plataus vartojimo automatinėms indaplovėms skirti plovikliai	Nepateikiami rinkai, jeigu bendras fosforo kiekis lygus arba didesnis nei 0,3 gramo standartinėje dozėje, kaip nurodyta V priedo B dalyje.

IV PRIEDAS

ATITIKTIES ĮVERTINIMO PROCEDŪRA, NURODYTA 7 STRAIPSNIO 2 DALYJE

A modulis. Gamybos vidaus protokolas

1. Modulio aprašymas

Gamybos vidaus kontrolė yra atitikties vertinimo procedūra, kurią taikydamas gamintojas įvykdo 2, 3 ir 4 punktuose nustatytas pareigas ir, prisiimdamas visą atsakomybę, užtikrina ir patvirtina, kad atitinkamas ploviklis ar paviršinio aktyvumo medžiaga atitinka jiems taikomus šio reglamento reikalavimus.

2. Techniniai dokumentai

2.1. Gamintojas parengia techninius dokumentus. Dokumentai turi būti parengti taip, kad jais remiantis būtų galima įvertinti ploviklio ar paviršinio aktyvumo medžiagos atitiktį susijusiems reikalavimams, be to, pridedama tinkama rizikos analizė ir vertinimas.

2.2. Techniniuose dokumentuose nurodomi taikomi reikalavimai ir šie dokumentai, kiek reikia atliekamam vertinimui, apima ploviklio ar paviršinio aktyvumo medžiagos kūrimo, gamybos ir numatomos paskirties duomenis. Kai taikytina, techniniuose dokumentuose pateikiami bent šie duomenys:

- (a) bendras ploviklio arba paviršinio aktyvumo medžiagos aprašymas ir numatomos paskirties aprašymas;
- (b) bandymų ataskaitos, įrodančios atitiktį I priedui ir, jei taikoma, II ir III priedams;
- (c) bandymo metodų, naudojamų siekiant įrodyti atitiktį šio reglamento reikalavimams, sąrašas;
- (d) skaičiavimų ir atliktų patikrinimų rezultatai;
- (e) sudedamųjų dalių duomenų lapas, atitinkantis šiuos reikalavimus:
 - i) jame išvardijamos visos specialiai įdėtos cheminės medžiagos ir konservantai, nurodyti V priedo A dalyje;
 - ii) jame nurodomas kiekvienos sudedamosios dalies bendrinis cheminis pavadinimas arba IUPAC pavadinimas ir, jei yra, INCI pavadinimas, CAS numeris bei Europos farmakopėjos pavadinimas;
 - iii) visos cheminės medžiagos išvardijamos mažėjančia masės dalies tvarka, o sąrašas suskirstomas pagal šias masės dalies procentais grupes:
 - (1) 10 % arba daugiau,
 - (2) 1 % arba daugiau, bet mažiau kaip 10 %,
 - (3) 0,1 % arba daugiau, bet mažiau kaip 1 %,
 - (4) mažiau kaip 0,1 %.

Taikant e punktą, kvapas, eterinis aliejus arba dažiklis laikomi viena sudedamąja dalimi.

3. Gamyba

Gamintojas imasi visų reikiamų priemonių, kad gamybos procesu ir jo stebėseną būtų užtikrinta ploviklio ar paviršinio aktyvumo medžiagos atitiktis 2 punkte nurodytiems techniniams dokumentams ir jiems taikomiems šio reglamento reikalavimams.

V PRIEDAS

ŽENKLINIMO REIKALAVIMAI

A DALIS. KIEKIO ŽENKLINIMAS

Informacija, kuri turi būti pateikiama rinkai tiekiamų ploviklių ir paviršinio aktyvumo medžiagų etiketėse

1. Masės dalies procentais grupės „mažiau kaip 5 %“, „5 % arba daugiau, bet mažiau kaip 15 %“, „15 % arba daugiau, bet mažiau kaip 30 %“, „30 % ir daugiau“ naudojamos toliau nurodytų sudedamųjų dalių, kurių koncentracija yra didesnė kaip 0,2 % masės, kiekiui nurodyti:
 - (a) fosfatų,
 - (b) fosfonatų,
 - (c) anijoninių paviršinio aktyvumo medžiagų,
 - (d) katijoninių paviršinio aktyvumo medžiagų,
 - (e) amfoterinių paviršinio aktyvumo medžiagų,
 - (f) nejoninių paviršinio aktyvumo medžiagų,
 - (g) deguonies pagrindo baliklių,
 - (h) chloro pagrindo baliklių,
 - (i) EDTA ir jos druskų,
 - (j) NTA (nitrilotriacto rūgšties) ir jos druskų,
 - (k) fenolių ir halogenintų fenolių,
 - (l) para-dichlorbenzeno,
 - (m) aromatinių angliavandenilių,
 - (n) alifatinių angliavandenilių,
 - (o) halogenintų angliavandenilių,
 - (p) muilo,
 - (q) zeolitų,
 - (r) polikarboksilatų.
2. Nepriklausomai nuo koncentracijos, išvardijamos šios pridėtų sudedamųjų dalių klasės:
 - (a) fermentai,
 - (b) mikroorganizmai,
 - (c) optiniai balikliai,
 - (d) kvapai.
3. Konservantai į sąrašą įtraukiami, jei įmanoma, naudojant Reglamento (EB) Nr. 1223/2009 33 straipsnyje nurodytą sistemą, nepriklausomai nuo jų koncentracijos, jeigu jie atitinka šias sąlygas:

- (a) lemia ploviklio priskyrimą apdorotiems gaminiams, kaip apibrėžta Reglamento (ES) Nr. 528/2012 3 straipsnio 1 dalies 1 punkte;
- (b) yra paženklinanti ant ploviklio sudedamosios dalies.

Pirmos pastraipos b punkte nurodyta sąlyga nebūtinai turi būti įvykdyta, jei konservantai neviršija Reglamento (EB) Nr. 1272/2008 I priedo 3.4.3.3 punkte / 3.4.6 lentelėje nurodytų ribinių verčių arba jei jie galutiniame gaminyje nebeatlieka konservavimo funkcijos, net ir sąveikaudami su kitais konservantais.

- 4. Jei alergiją sukeliančių kvapiųjų medžiagų, išvardytų Reglamento (EB) Nr. 1223/2009 III priedo 45, 67–92 ir [X] – [X] įrašuose, dedama daugiau kaip 0,01 % masės, jie ženklinami naudojant to reglamento 33 straipsnyje nurodytą sistemą. Pirmas sakinyss netaikomas alergiją sukeliančioms kvapiosioms medžiagoms, kurios atitinka Reglamente (EB) Nr. 1272/2008 nustatytas ženklinimo ribas.
- 5. 1–4 punktuose nurodyti reikalavimai netaikomi profesionaliajam naudojimui skirtiems plovikliams ir paviršinio aktyvumo medžiagoms, jeigu pagal Reglamento (EB) Nr. 1907/2006 31 straipsnį parengto saugos duomenų lapo 15 skirsnyje pateikta informacija, lygiavertė tuose punktuose reikalaujamai informacijai.
- 6. Be 1–5 punktuose nurodytos informacijos, atitinkamai ploviklių, kurių sudėtyje yra mikroorganizmų, etiketėse pateikiama ši informacija:
 - (a) nuoroda arba atsargumo frazė, kad gaminiu negalima valyti paviršių, besiliečiančių su maistu;
 - (b) gaminio laikymo trukmė;
 - (c) prireikus naudojimo instrukcijos arba specialios atsargumo priemonės.

B DALIS. INFORMACIJOS APIE DOZAVIMĄ ŽENKLINIMAS

Informacija, kuri turi būti pateikta plataus vartojimo skalbiklių ir plataus vartojimo automatinėms indaplovėms skirtų ploviklių etiketėse

- 1. Plataus vartojimo skalbiklių etiketėje pateikiama ši informacija:
 - (a) rekomenduojamas kiekis ir (arba) dozavimo nurodymai, atitinkamai išreikšti mililitrais arba gramais standartiniam skalbyklės pakrovimui, atskirai minkštam, vidutinio kietumo ir kietam vandeniui, darant prielaidą, kad skalbimas atliekamas vienu arba dviem ciklais,
 - (b) stipriems plovikliams nurodomas standartinių „įprastai nešvarių“ skalbinių skalbyklės pakrovimų skaičius, o gležnų audinių skalbikliams nurodomas standartinių „šiek tiek nešvarių“ skalbinių skalbyklės pakrovimų skaičius, kuriam tinka pakuotėje esantis kiekis, kai vandens kietumas yra vidutinis ir atitinka 2,5 mmol CaCO₃/l.
 - (c) dozavimo indo, jeigu pridedamas, talpa nurodoma mililitrais arba gramais ir pateikiamos žymos, rodančios ploviklio dozę, tinkamą standartiniam skalbyklės pakrovimui, atskirai nurodant dozes minkštam, vidutinio kietumo ir kietam vandeniui.
- 2. Taikant 1 punktą, standartinis skalbyklės pakrovimas yra 4,5 kg sausų skalbinių, kai naudojami stiprūs plovikliai, ir 2,5 kg sausų skalbinių, kai naudojami silpni plovikliai. Ploviklis laikomas stipriu plovikliu, išskyrus atvejus, kai gamintojo

teiginiuose visų pirma reklamuojama skalbinių apsauga, t. y. skalbimas žemoje temperatūroje, gležnų audinių skalbimas ir spalvų apsauga.

3. Plataus vartojimo automatinėms indaplovėms skirtų ploviklių etiketėje nurodoma standartinė dozė, išreikšta gramais, mililitrais arba tabletėmis pagrindiniam plovimo ciklui vidutiniškai nešvariems indams pilnai prikrautoje 12 indų komplektų indaplovėje, jei reikia, atskirai nurodant dozes minkštam, vidutinio kietumo ir kietam vandeniui.

C DALIS. SKAITMENINIS ŽENKLINIMAS

Ši A dalyje nurodyta informacija apie kiekį skaitmeninėje etiketėje gali būti pateikiama tik pagal 16 straipsnio 1 dalies antrą pastraipą toje dalyje nurodytu būdu:

- (a) anijoninės paviršinio aktyvumo medžiagos;
- (b) katijoninės paviršinio aktyvumo medžiagos;
- (c) amfoterinės paviršinio aktyvumo medžiagos;
- (d) nejoninės paviršinio aktyvumo medžiagos;
- (e) fosfatai;
- (f) fosfonatai;
- (g) muilas.

D DALIS. SUPAPRASTINTA INFORMACIJA APIE PLATAUS VARTOJIMO SKALBIKIIŲ DOZAVIMĄ

Supaprastintoje dozavimo lentelėje pateikiama ši informacija:

- (a) pagrindinės naudojimo instrukcijos, jei taikoma;
- (b) rekomenduojami kiekiai, pagrįsti vidutiniu vandens kietumu ir skirtingais skalbinių nešvarumo laipsniais, ir
- (c) skalbyklės pakrovimo nuoroda.

VI PRIEDAS

GAMINIO PASAS

Gaminio pase pateikiama ši informacija:

- (a) ploviklio ar paviršinio aktyvumo medžiagos unikalus gaminio identifikatorius;
- (b) gamintojo arba gamintojo įgaliotojo atstovo pavadinimas, adresas ir gamintojo unikalus veiklos vykdytojo identifikatorius;
- (c) ploviklio ar paviršinio aktyvumo medžiagos identifikavimas, leidžiantis jį atsekti, įskaitant spalvinį atvaizdą, kuris yra pakankamai aiškus, kad būtų galima identifikuoti ploviklį arba paviršinio aktyvumo medžiagą;
- (d) prekės kodas, pagal kurį gaminio paso sukūrimo metu yra klasifikuojamas ploviklis ar paviršinio aktyvumo medžiaga, kaip nustatyta Tarybos reglamente (EEB) Nr. 2658/87⁴;
- (e) nuorodos į Sąjungos teisės aktus, kuriuos ploviklis arba paviršinio aktyvumo medžiaga atitinka;
- (f) išsamus cheminių medžiagų, specialiai įdėtų į ploviklį ar paviršinio aktyvumo medžiagą, ir konservantų, paženklintų pagal V priedo A dalies 3 punkto pirmos pastraipos b papunktį, sąrašas, naudojant Tarptautinę kosmetikos ingredientų nomenklatūrą, arba, jei jo nėra, Europos farmakopėjos pavadinimas, o jei pastarojo taip pat nėra – bendrinis cheminis pavadinimas arba Tarptautinės teorinės ir taikomosios chemijos sąjungos pavadinimas.

F punkte nurodyta pareiga netaikoma profesionaliajam naudojimui skirtiems plovikliams arba paviršinio aktyvumo medžiagoms, skirtoms profesionaliajam naudojimui skirtiems plovikliams, kuriems yra parengtas Reglamento (EB) Nr. 1907/2006 31 straipsnyje nurodytas saugos duomenų lapas.

⁴ 1987 m. liepos 23 d. Tarybos reglamentas (EEB) Nr. 2658/87 dėl tarifų ir statistinės nomenklatūros bei dėl Bendrojo muitų tarifo (OL L 256, 1987 9 7, p. 1).

VII PRIEDAS

22 STRAIPSNIO 2 DALYJE NURODYTI BANDYMO METODAI

1. PAMATINIS METODAS (PATVIRTINAMASIS TYRIMAS)

1.1. Apibrėžimas

Šiuo metodu apibūdinamas aktyviojo dumblo ir pagalbinio nusodintuvo laboratorinis modelis, kuriuo modeliuojamas komunalinių nuotekų valymas. Šiam tyrimo metodui galima taikyti pagerintas šiuolaikines darbo sąlygas, apibūdintas EN ISO 11733.

1.2. Tyrimui būtina įranga

Matuojant šiuo metodu naudojamas nedidelis įrenginys su aktyviuoju dumblu, kurio schema pavaizduota 1 pav., o išsamiau – 2 pav. Įrenginį sudaro nuotekų rinktuvas A, į kurį supilamos paruoštos modelinės nuotekos, dozuojamasis siurblys B, aerotankas C, nusodintuvas D, oro siurblys E aktyviojo dumblo recirkuliacijai ir rinktuvas F, kuriame surenkamos apdorotos nuotekos.

Rinktuvai A ir F turi būti stikliniai arba iš tinkamo plastiko. Kiekvieno jų talpa ne mažesnė kaip dvidešimt keturi litrai. Siurblys B turi užtikrinti nuolatinį modelinių nuotekų tiekimą į aerotanką C, kurio tūris, veikiant įprastu režimu, yra 3 l aktyviojo dumblo ir nuotekų mišinio. Sukepinto stiklo aeratorius pakabintas aerotanko C kūginės dalies viršūnėje. Per aeratorių pučiamo oro kiekis kontroliuojamas debitmačiu H.

1.3. Modelinės nuotekos

Tyrimui naudojamos modelinės nuotekos. Kiekviename litre vandentiekio vandens ištirpinama:

- 160 mg peptono;
- 110 mg mėsos sultinio;
- 30 mg karbamido, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$;
- 7 mg natrio chlorido, NaCl ;
- 4 mg kalcio chlorido $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
- 2 mg magnio sulfato, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- 28 mg dikalto vandenilio monofosfato, K_2HPO_4 ;
- 10 ± 1 mg paviršinio aktyvumo medžiagos.

Modelinės nuotekos ruošiamos kiekvieną dieną.

1.4. Mėginių ruošimas

Grynosios paviršinio aktyvumo medžiagos tiriamos neapdorotos. Modelinėms nuotekoms (1.3 punktą) ruošti turi būti nustatytas paviršinio aktyvumo medžiagos mėginio aktyvumas kiekis.

1.5. Tyrimo eiga

Iš pradžių aerotankas C ir nusodintuvas D pripildomi paruoštų modelinių nuotekų. Nusodintuvas D turi būti įrengtas tokia aukštyje, kad aerotanke C būtų 3 l mišinio. Procesui sužadinti ten pat įpilama 3 ml geros kokybės antrinių nuotekų, ką tik paimtų iš nuotekų valymo įrenginio, skirta daugiausia buitinėms nuotekoms apdoroti.

Nuotekos nuo paėmimo iki naudojimo turi būti laikomos aerobinėmis sąlygomis. Įjungiamas aeratorius G, paleidžiamas oro siurblys E ir dozuojamasis siurblys B. Modelinės nuotekos per aerotanką C turi tekėti 1 litro per valandą greičiu; taip užtikrinama 3 valandų vidutinė sulaikymo trukmė.

Aeravimo intensyvumas turi būti toks, kad visos kietosios dalelės aerotanke C būtų pakibusios skystyje (suspenduotos), o ištirpusio deguonies kiekis būtų ne mažesnis kaip 2 mg/l. Taikant atitinkamas priemones turi būti neleidžiama susidaryti putoms. Negalima naudoti priešpučių, kurie slopintų aktyvųjų dumblių ar kuriuose būtų paviršinio aktyvumo medžiagų. Oras iš oro siurblio E turi būti pučiamas taip, kad aerotanke C vyktų nuolatinė ir tolygi iš nusodintuvo patenkančio mišinio recirkuliacija. Dumbblas, susikaupiantis aerotanko C viršuje, nusodintuvo D apačioje ar visoje cirkuliacijos sistemoje bent kartą per parą turi būti grąžinamas į cirkuliacijos sistemą, nuvalant šepetėiu arba koku nors kitu tinkamu būdu. Jei dumbblas nenusėda, nusodinimą galima paskatinti įpilant 2 ml 5 % geležies (III) chlorido tirpalo. Jei to nepakanka, įpilama dar.

Nuotekos iš nusodintuvo D per 24 valandas sukaupiamos rinktuve F. Tada, jas gerai sumaišius, paimamas mėginys, o rinktuvas F po to turi būti kruopščiai išplautas.

1.6. Proceso kontrolė

Paviršinio aktyvumo medžiagos kiekis (mg/l) paruoštose modelinėse nuotekose nustatomas prieš pat darbo pradžią.

Paviršinio aktyvumo medžiagos kiekis (mg/l) per 24 valandas rinktuve F sukauptose nuotekose nustatomas tuo pačiu analizės metodu iš karto paėmus mėginį. Jei tai neįmanoma, mėginiai konservuojami, geriausiai – užšaldomi. Paviršinio aktyvumo medžiagos koncentracija turi būti nustatoma 0,1 mg/l tikslumu.

Proceso reikiamai eigai patikrinti ne rečiau kaip du kartus per savaitę per stiklo pluoštą filtruotose modelinėse nuotekose, sukauptose rinktuve F, ir filtruotose modelinėse nuotekose, sukauptose rinktuve A, nustatomas cheminis deguonies suvartojimas (toliau – ChDS) arba ištirpusios organinės anglies (toliau – IOA) kiekis.

ChDS arba IOA kiekio mažėjimas turi stabilizuotis, kai kasdieninis paviršinio aktyvumo medžiagos biologinio skaidymo procesas nusistovi 3 pav. pavaizduoto pradinio laikotarpio pabaigoje.

Aerotanke esančiame aktyviajame dumble sausosios medžiagos kiekis (g/l) turi būti nustatomas du kartus per savaitę. Jei jis didesnis kaip 2,5 g/l, aktyviojo dumblo perteklius turi būti pašalinamas.

Biologinio skaidymo bandymas atliekamas kambario temperatūroje. Ji turi būti pastovi ir palaikoma 19–24 °C.

1.7. Biologinio skaidumo apskaičiavimas

Biologiškai susiskaidžiusios per parą paviršinio aktyvumo medžiagos dalis procentais apskaičiuojama nustačius paviršinio aktyvumo medžiagos kiekį (mg/l) modelinėse nuotekose ir vėliau rinktuve F sukauptose nuotekose.

Taip gautos biologinio skaidumo vertės turi būti pavaizduotos grafiškai, kaip parodyta 3 pav.

Paviršinio aktyvumo medžiagos biologinis skaidumas turėtų būti apskaičiuojamas imant aritmetinį vidurkį verčių, gautų per dvidešimt vieną dieną, pasibaigus pradiniam ir aklimatizacijos laikotarpiui, per kurį, įrenginiui veikiant be sutrikimų,

biologinio skaidymo procesas tampa pastovus. Bet koku atveju pradinio laikotarpio trukmė neturi viršyti šešių savaičių.

Kasdieninės biologinio skaidumo vertės apskaičiuojamos 0,1 % tikslumu, tačiau galutinis rezultatas pateikiamas sveiko skaičiaus tikslumu.

Kai kuriais atvejais mėginiai gali būti imami rečiau, tačiau vidurkiui apskaičiuoti turi būti imami ne mažiau kaip keturiolikos tyrimų, atliktų per dvidešimt vieną dieną nuo pradinio laikotarpio pabaigos, rezultatai.

2. ANIJONINIŲ PAVIRŠINIO AKTYVUMO MEDŽIAGŲ NUSTATYMAS BIOLOGINIO SKAIDUMO TYRIMŲ METU

2.1. Tyrimo esmė

Metodas pagrįstas tuo, kad katijoninis dažiklis, šiuo atveju metileno mėlynasis, su anijoninėmis paviršinio aktyvumo medžiagomis (MBAS) sudaro mėlynos spalvos druskas, kurios atskiriamos ekstrahuojant chloroformu. Siekiant išvengti trukdžių pradžioje ekstrahuojama iš šarminio tirpalo. Po to ekstraktas sumaišomas su rūgščiuoju metileno mėlynojo tirpalu. Atskirto organinio sluoksnio optinis tankis matuojamas fotometriškai, kai didžiausios absorbcijos bangos ilgis lygus 650 nm.

2.2. Reagentai ir įranga

2.2.1. Buferinis pH 10 tirpalas

24 g analiziškai gryno natrio hidrokarbonato (NaHCO_3) ir 27 g analiziškai gryno bevandenio natrio karbonato (Na_2CO_3) ištirpinama dejonizuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1 000 ml.

2.2.2. Neutralusis metileno mėlynojo tirpalas

0,35 g analiziškai gryno metileno mėlynojo ištirpinama dejonizuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1 000 ml. Tirpalas ruošiamas bent dvidešimt keturios valandos prieš naudojimą. Kontroliniu bandymu gauto chloroforminio sluoksnio optinis tankis, matuojant pagal grynąją chloroformą 1 cm storio kiuvetėje, kai bangos ilgis 650 nm, neturi viršyti 0,015.

2.2.3. Rūgštusis metileno mėlynojo tirpalas

0,35 g analiziškai gryno metileno mėlynojo ištirpinama 500 ml dejonizuoto vandens ir sumaišoma su 6,5 ml H_2SO_4 ($d = 1,84 \text{ g/ml}$). Dejonizuotu vandeniu praskiedžiama iki 1000 ml. Tirpalas ruošiamas bent dvidešimt keturios valandos prieš naudojimą. Kontroliniu bandymu gauto chloroforminio sluoksnio optinis tankis, matuojant pagal grynąją chloroformą 1 cm storio kiuvetėje, kai bangos ilgis 650 nm, neturi viršyti 0,015.

- 2.2.4. *Chloroformas (trichlormetanas), analiziškai grynas, ką tik distiliuotas*
- 2.2.5. *Dodecilbensensulfoninės rūgšties metilesteris*
- 2.2.6. *Kalio hidroksido tirpalas etanolyje, KOH, 0,1 mol/l*
- 2.2.7. *Grynasis etanolis, C₂H₅OH*
- 2.2.8. *Sieros rūgštis, H₂SO₄, 0,5 mol/l*
- 2.2.9. *Fenolftaleino tirpalas*
1 g fenolftaleino ištirpinama 50 ml etanolio ir nuolat maišant įpilama 50 ml dejonizuoto vandens. Visos susidariusios nuosėdos nufiltruojamos.
- 2.2.10. *Druskos rūgšties tirpalas metanolyje: 250 ml analiziškai grynų koncentruotos druskos rūgšties sumaišoma su 750 ml metanolio.*
- 2.2.11. *250 ml talpos dalijamasis piltuvas*
- 2.2.12. *50 ml talpos matavimo kolba*
- 2.2.13. *500 ml talpos matavimo kolba*
- 2.2.14. *1 000 ml talpos matavimo kolba*
- 2.2.15. *250 ml talpos apvaliadugnė kolba su šlifų kamščiu ir grįžtamuoju kondensatoriumi. Virimui palengvinti į kolbą dedama stiklo granulių.*
- 2.2.16. *pH matuoklis*
- 2.2.17. *Fotometras, skirtas matuoti, kai bangos ilgis 650 nm, su 1 ir 5 cm storio kiuvetėmis*
- 2.2.18. *Kokybiškas filtravimo popierius*

2.3. Tyrimas

Mėginiai analizei negali būti imami per putų sluoksnį.

Analizei naudojama aparatūra kruopščiai išplaunama vandeniu, paskui gerai perskalaujama druskos rūgšties tirpalu metanolyje (2.2.10 punktas) ir prieš naudojimą dar skalaujama dejonizuotu vandeniu.

Į įrenginį su aktyviuoju dumbliu įtekančios ir iš jo ištekančios nuotekos filtruojamos iš karto tik paėmus mėginį. Pirmieji 100 ml filtrato išpilami.

Išmatuoto tūrio mėginys, jei reikia, neutralizuojamas ir supilamas į 250 ml talpos dalijamąjį piltuvą (2.2.11 punktas). Mėginyje turi būti 20–150 g metileno mėlynojo veikliosios medžiagos (angl. *methylene blue active substance*, MBAS). Mažos MBAS koncentracijos mėginio imama daugiau, tačiau jo tūris negali viršyti 100 ml. Kai mėginio imama mažiau nei 100 ml, jis praskiedžiamas dejonizuotu vandeniu iki 100 ml. Į piltuvą su mėginiu įpilama 10 ml buferinio tirpalo (2.2.1 punktas), 5 ml neutraliojo metileno mėlynojo tirpalo (2.2.2 punktas) ir 15 ml chloroformo (2.2.4 punktas). Mišinys tolygiai ir nesmarkiai purtomas vieną minutę. Mišiniui išsisluoksniavus, chloroforminis sluoksnis išleidžiamas į kitą dalijamąjį piltuvą, kuriame yra 110 ml dejonizuoto vandens ir 5 ml rūgščiojo metileno mėlynojo tirpalo (2.2.3 punktas). Mišinys purtomas vieną minutę. Chloroforminis sluoksnis pro išplautą alkoholiu ir suvilgytą chloroforme higroskopinės vatos filtrą supilamas į matavimo kolbą (2.2.12 punktas).

Ekstrahavimas šarminėje ir rūgštinėje terpėje atliekamas tris kartus. Antrą ir trečią kartą ekstrahuojant chloroformo imama po 10 ml. Supilti kartu chloroformo

ekstraktai filtruojami pro tą patį higroskopinės vatos filtrą ir jam praplauti naudojamu chloroformu 50 ml matavimo kolboje (2.2.12 punktas) praskiedžiami iki reikiamo tūrio. Chloroforminio tirpalo optinis tankis matuojamas fotometru 1–5 cm storio kiuvetėse, kai bangos ilgis 650 nm. Visos procedūros metu atliekamas tuščiasis bandymas.

2.4. Kalibravimo kreivė

Iš etaloninės medžiagos dodecilbenzensulfoninės rūgšties metilesterio (tetrapropileno tipo, mol. masė – 340), muilinamos, kol susidaro kalio druska, paruošiamas kalibravimo tirpalas. MBAS kiekis perskaičiuojamas į natrio dodecilbenzensulfonatą (M = 348).

Apvaliadugnėje kolboje 0,1 mg tikslumu pasveriamą 400–450 mg dodecilbenzensulfoninės rūgšties metilesterio (2.2.5 punktas) ir įpilama 50 ml kalio hidroksido tirpalo etanolyje (2.2.6 punktas). Virimui palengvinti į kolbą įberiamas stiklo granulių. Prijungus grįžtamąjį kondensatorių, virinama vieną valandą. Atvėsus, kondensatorius ir šlifuota įmova praplaunami apie 30 ml etanolio. Praplovos supilamos į tą pačią kolbą. Po to tirpalas titruojamas sieros rūgštimi, kol išnyksta fenoltaleino spalva. Šis tirpalas supilamas į 1 000 ml matavimo kolbą (2.2.14 punktas), praskiedžiamas dejonizuotu vandeniu iki reikiamo tūrio ir sumaišomas.

Dalis šio paviršinio aktyvumo medžiagos pradinio tirpalo praskiedžiama dar kartą. Tam 25 ml tirpalo 500 ml matavimo kolboje (2.2.13 punktas) praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki reikiamo tūrio ir sumaišoma.

Šiame etaloniniame tirpale yra:

$$\frac{E \times 1,023 \text{ mg MBAS per ml}}{20\,000}$$

čia E yra pasvertos etaloninės medžiagos masė miligramais.

Kalibravimo kreivei sudaryti į 100 ml matavimo kolbas įpilama atitinkamai 1, 2, 4, 6 ir 8 ml etaloninio tirpalo ir dejonizuotu vandeniu praskiedžiama iki reikiamo tūrio. Toliau atliekama 2.3 punkte aprašyta procedūra, įskaitant tuščiąjį bandymą.

2.5. Rezultatų apskaičiavimas

Anijoninės paviršinio aktyvumo medžiagos (MBAS) kiekis mėginyje nustatomas pagal sudarytą kalibravimo kreivę (2.4 punktas). MBAS koncentracija apskaičiuojama pagal formulę:

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

kai: V = mėginio tūris mililitrais.

Rezultatai išreiškiami natrio dodecilbenzensulfonatu (mol. masė – 348).

2.6. Rezultatų išraiška

Rezultatai pateikiami 0,1 mg/l MBAS tikslumu.

3. NEJONINIŲ PAVIRŠINIO AKTYVUMO MEDŽIAGŲ NUSTATYMAS BIOLOGINIO SKAIDUMO TYRIMO METU

3.1. Tyrimo esmė

Paviršinio aktyvumo medžiagos sukonzentruojamos ir išskiriamos dujinio ekstrahavimo būdu. Naudojamame mėginyje nejoninių paviršinio aktyvumo medžiagų turėtų būti 250–800 g.

Išsekstrahuotos paviršinio aktyvumo medžiagos tirpinamos etilacetate.

Fazėms atsiskyrus ir tirpikliui išgaravus, nejoninė paviršinio aktyvumo medžiaga nusodinama iš vandeninio tirpalo, naudojant modifikuotą Dragendorfo reagentą ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ledinė acto rūgštis}$).

Gautos nuosėdos filtruojamos, plaunamos ledine acto rūgštimi ir tirpinamos amonio tartrato tirpale. Tirpale esantis bismutas potenciometriškai titruojamas pirolidinditiokarbamato tirpalu (palaikant terpės pH 4–5) naudojant šviesios platinos indikatorinį elektrodą ir kalomelio arba sidabro–sidabro chlorido pamatinį elektrodą. Šis metodas taikomas nejoninėms paviršinio aktyvumo medžiagoms, kurių sudėtyje yra nuo 6 iki 30 alkilenų oksidų grupių.

Gauti titravimo rezultatai dauginami iš empirinio koeficiento 54, kad būtų galima juosulyginti su etalonine medžiaga nonilfenoliu, kondensuotu su 10 molių etileno oksido (NP 10 ekvivalentas).

3.2. Reagentai ir įrenginiai

Reagentai turi būti paruošti dejonizuotame vandenyje.

3.2.1. Grynas, ką tik distiliuotas etilacetatas.

3.2.2. Analiziškai grynas natrio hidrokarbonatas, NaHCO_3 .

3.2.3. Praskiesta druskos rūgštis (20 ml koncentruotos rūgšties (HCl) praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml).

3.2.4. Analiziškai grynas, ką tik distiliuotas metanolis, laikomas stiklo butelyje.

3.2.5. Bromkrezolio purpurinis indikatorius (0,1 g medžiagos ištirpinama 100 ml metanolio).

3.2.6. Nusodiklis – mišinys, pagamintas iš dviejų tūrių tirpalo A ir vieno tūrio tirpalo B. Jis laikomas rudos spalvos butelyje. Pagamintas gali būti naudojamas vieną savaitę.

3.2.6.1. Tirpalas A

1,7 g analiziškai gryno bismuto nitrato ($\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ištirpinama 20 ml ledinės acto rūgšties ir iki 100 ml pripilama vandens. Po to 65 g analiziškai gryno kalio jodido ištirpinama 200 ml dejonizuoto vandens. Abu paruošti tirpalai sumaišomi 1 000 ml talpos matavimo kolboje, įpilama 200 ml ledinės acto rūgšties (3.2.7 punktą) ir pripilama dejonizuoto vandens iki 1 000 ml.

3.2.6.2. Tirpalas B

290 g analiziškai gryno bario chlorido ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ištirpinama 1 000 ml dejonizuoto vandens.

3.2.7. 99–100 % ledinė acto rūgštis (mažesnės koncentracijos rūgštis netinka).

3.2.8. Amonio tartrato tirpalas: 12,4 g analiziškai grynų vyno rūgšties sumaišoma su 12,4 ml analiziškai grynų amoniako tirpalo ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) ir praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml (arba naudojamas ekvivalentiškas analiziškai grynų amonio tartrato kiekis).

3.2.9. Praskiestas amoniako tirpalas: 40 ml analiziškai grynų amoniako tirpalo ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml.

3.2.10. Standartinis acetatinis buferis: cheminėje stiklinėje 40 g analiziškai grynų kieto natrio hidroksido ištirpinama 500 ml dejonizuoto vandens. Įpilama 120 ml ledinės acto rūgšties (3.2.7 punktą). Gautas tirpalas gerai išmaišomas, atvėsintas ir perpilamas į 1 000 ml talpos matavimo kolbą. Praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki reikiamo tūrio.

3.2.11. Pirolidinditiokarbamato tirpalas (vadinamas „karbato tirpalu“): 103 mg natrio pirolidinditiokarbamato ($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ištirpinama 500 ml dejonizuoto vandens, įpilama 10 ml analiziškai grynų n-amilo alkoholio ir 0,5 g analiziškai grynų NaHCO_3 ir praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml.

3.2.12. Vario sulfato tirpalas (naudojamas 3.2.11 nurodyto tirpalo kalibravimui).

PRADINIO TIRPALO RUOŠIMAS

1,249 g analiziškai grynų vario sulfato ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) sumaišoma su 50 ml 0,5 M sieros rūgšties ir praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml.

ETALONINIS TIRPALAS

50 ml pradinio tirpalo sumaišoma su 10 ml 0,5 M H_2SO_4 ir praskiedžiama dejonizuotu vandeniu iki 1 000 ml.

3.2.13. Analiziškai grynų natrio chloridas.

3.2.14. Dujinio ekstrahavimo aparatas (žr. 5 pav.). Sukepinto stiklo disko skersmuo turi būti toks pat kaip vidinis cilindro skersmuo.

3.2.15. Dalijamasis 250 ml talpos piltuvas.

3.2.16. Magnetinė maišyklė su 25–30 mm dydžio magnetu.

3.2.17. Gučo tiglio (G4 tipo), vidinio pagrindo skersmuo – 25 mm.

3.2.18. Apskritas 27 mm skersmens stiklo pluošto filtras, akytumas 0,3–1,5 m.

3.2.19. Dvi 500 ml ir 250 ml talpos filtravimo kolbos su pereinamosiomis jungtimis ir guminėmis tarpinėmis.

3.2.20. Užrašantis potenciometras su šviesios platinos indikatoriniu elektrodu ir kalomelio arba sidabro–sidabro chlorido pamatiniu 250 mV diapazono elektrodu bei automatinė 20–25 ml titravimo biurete arba analogiška neautomatinė įranga.

3.3. Metodos

3.3.1. Paviršinio aktyvumo medžiagų sukonzentravimas ir atskyrimas

Tiriamosios medžiagos vandeninis tirpalas filtruojamas per kokybišką filtravimo popierių. Pirmieji 100 ml filtrato išpilami.

Išmatuotas nufiltruoto mėginio kiekis supilamas į etilacetatu praplautą dujinio ekstrahavimo aparatą. Mėginyje turėtų būti 250–800 g nejoninės paviršinio aktyvumo medžiagos.

Medžiagų atskyrimo procesui pagerinti įdedama 100 g natrio chlorido ir 5 g natrio hidrokarbonato.

Jei mėginio tūris didesnis kaip 500 ml, nurodytos druskos kietuoju pavidalu suberiamos į ekstrahavimo aparatą ir ištirpinamos mėginyje praleidžiant per jį azotą arba orą.

Kai mėginio kiekis mažesnis, druskos ištirpinamos 400 ml vandens ir supilamos į ekstrahavimo aparatą.

Po to į aparate esantį tirpalą iki viršutinės prietaiso žymos pripilama vandens.

Pagaliau ant viršaus atsargiai dar užpilama 100 ml etilacetato.

Du trečdaliai aparato plovimo indo tūrio, esančio dujų (azoto arba oro) srauto kelyje, užpildoma etilacetatu.

Per aparatą 30–60 l/h greičiu leidžiamos dujos. Rekomenduojama naudoti debitmatį. Aeravimo greitis iš pat pradžių turi būti didinamas palaipsniui. Dujų srauto greitis turi būti sureguliuotas taip, kad skiriamajame dviejų fazių (etilacetato ir tirpalo) sąlyčio paviršiuje maišymasis būtų minimalus. Po 5 min. dujų srautas nutraukiamas.

Jei šio proceso metu organinės fazės tūris sumažėja daugiau kaip 20 % (ištirpsta vandenyje), dujos turi būti leidžiamos pakartotinai, ypač didelį dėmesį skiriant dujų srauto greičiui.

Organinė fazė perpilama į dalijamąjį piltuvą. Dalijamajame piltuve nusistojęs vandeninis tirpalas (jo turėtų būti ne daugiau kaip keli mililitrai) vėl supilamas į ekstrahavimo aparatą. Etilacetato fazė filtruojama per sausą kokybišką popierinį filtrą. Filtratas surenkamas 250 ml talpos cheminėje stiklinėje.

Į ekstrahavimo aparatą pripilama dar 100 ml etilacetato ir vėl 5 min. per jį leidžiamas oras arba azotas. Po to organinė fazė perpilama į tą patį dalijamąjį piltuvą, kuris buvo naudotas pirmajam atskyrimui, vandeninė fazė atskiriama, o organinė fazė nufiltruojama per tą patį filtrą kaip ir pirmoji etilacetato porcija. Dalijamasis piltuvas ir filtras praplaunami apie 20 ml etilacetato.

Etilacetatinis ekstraktas garinamas vandens vonelėje (traukos gaubtas), kol gaunama sausoji medžiaga. Garavimui pagreitinoti virš tirpalo nestipriai pučiamas oras.

3.3.2. *Nusodinimas ir filtravimas*

Sausoji medžiaga, gauta pagal 3.3.1 punktą, ištirpinama 5 ml metanolio. Įpilama 40 ml dejonizuoto vandens ir 0,5 ml praskiestos druskos rūgšties (3.2.3 punktas). Viskas sumaišoma magnetine maišykle.

Į šį tirpalą iš matavimo cilindro įpilama 30 ml nusodiklio (3.2.6 punktas). Susidarant nuosėdoms, maišoma 10 min., po to mišinys paliekamas stovėti ne mažiau kaip 5 min.

Tada jis nufiltruojamas per Gučo tigli, kurio dugnas padengtas stiklo pluošto filtravimo popieriumi. Pirmą, filtras siurbiant praplaunamas 2 ml ledinės acto rūgšties. Po to, naudojant apie 40–50 ml ledinės acto rūgšties, gerai išplaunama cheminė stiklinė, magnetas ir tigli. Prie stiklinės sienelių ir filtro prilipusių nuosėdų nebūtina stengtis nuplauti, nes jos toje pačioje stiklinėje ištirps, kai čia prieš titravimą bus supiltas nuosėdų tirpalas.

3.3.3. Nuosėdų tirpinimas

Filtravimo tiglyje esančios nuosėdos ištirpinamos trimis porcijomis po 10 ml karšto (apie 80 °C temperatūros) amonio tartrato tirpalo (3.2.8 punktas). Kiekviena tirpalo porcija, prieš ją nusiurbiant per filtrą į kolbą, turi kelias minutes pabūti tiglyje.

Filtravimo kolbos turinys supilamas į cheminę stiklinę, kurioje buvo atliekamas nusodinimas. Stiklinė praskalaujama 20 ml karšto tartrato tirpalo, kad ištirtų likusios nuosėdos.

Pagaliau 150–200 ml vandens gerai išplaunamas tiglis, pereinamosios jungtys ir filtravimo kolba. Praplovos supilamos į nusodinimui naudotą cheminę stiklinę.

3.3.4. Titravimas

Cheminėje stiklinėje esantis tirpalas maišomas magnetine maišykle (3.2.16 punktas), įlašinami keli lašai bromkrezolio purpurinio indikatoriaus (3.2.5 punktas) ir pilamas praskiestas amoniako tirpalas (3.2.9 punktas), kol pasirodys violetinė spalva (dėl praplovimui naudotos acto rūgšties tirpalo reakcija iš pradžių bus silpnai rūgštinė).

Po to įpilama 10 ml standartinio acetatinio buferio (3.2.10 punktas) ir, įmerkus į tirpalą elektrodus, potenciometriškai titruojama „karbato tirpalu“ (3.2.11 punktas). Biuretės galiukas turi būti įmerktas į tirpalą.

Titruojama ne didesniu kaip 2 ml/min. greičiu.

Titravimo pabaigos taškas yra dviejų koordinatų ir tangentinės potenciometrinės kreivės susikirtimas.

Kartais pastebima, kad tangentinė potenciometrinė kreivė išsilygina. Tai pašalinama gerai nušveitus platininį elektrodą švitrinio popieriumi.

3.3.5. Tuštieji bandymai

Tuo pat metu 3.3.2 punkte aprašyta tvarka atliekamas tuščiasis bandymas naudojant 5 ml metanolio ir 40 ml dejonizuoto vandens. Tuščiojo mėginio titravimo rezultatas turi būti mažesnis kaip 1 ml. Priešingu atveju kyla įtarimas dėl naudojamų reagentų (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9 ir 3.2.10 punktai) grynumo, ypač juose esančių sunkiųjų metalų kiekio, ir juos reikia pakeisti. Apskaičiuojant rezultatus reikia atsižvelgti į tuščiąjį bandymą.

3.3.6. Karbato tirpalo koeficiento nustatymas

Karbato tirpalo koeficientas nustatomas kiekvieną tyrimo dieną. Tuo tikslu 10 ml vario sulfato tirpalo (3.2.12 punktas), praskiedus jį 100 ml vandens ir įpylus 10 ml standartinio acetatinio buferio (3.2.10 punktas), titruojamas karbato tirpalu. Jei sunaudotas kiekis yra ml, koeficientas f yra:

$$f = \frac{10}{a}$$

ir visi titravimo rezultatai dauginami iš šio koeficiento.

3.4. Rezultatų apskaičiavimas

Kiekviena nejoninė paviršinio aktyvumo medžiaga turi savo koeficientą, kuris priklauso nuo tos medžiagos sudėties, ypač nuo alkenų oksidų grandinės ilgio. Nejoninės paviršinio aktyvumo medžiagos koncentracija išreiškiama per santykį su etalonine medžiaga nonilfenoliu, turinčiu 10 etileno oksido vienetų (NP 10 ekvivalentas), kurio keitimo koeficientas lygus 0,054.

Naudojant šį koeficientą, mėginyje esančios paviršinio aktyvumo medžiagos kiekis išreiškiamas NP 10 ekvivalento mg. Tokia išraiška apskaičiuojama pagal formulę:

$(b - c) \times f \times 0,054 =$ nejoninės paviršinio aktyvumo medžiagos, išreikštos NP 10 ekvivalentu, mg

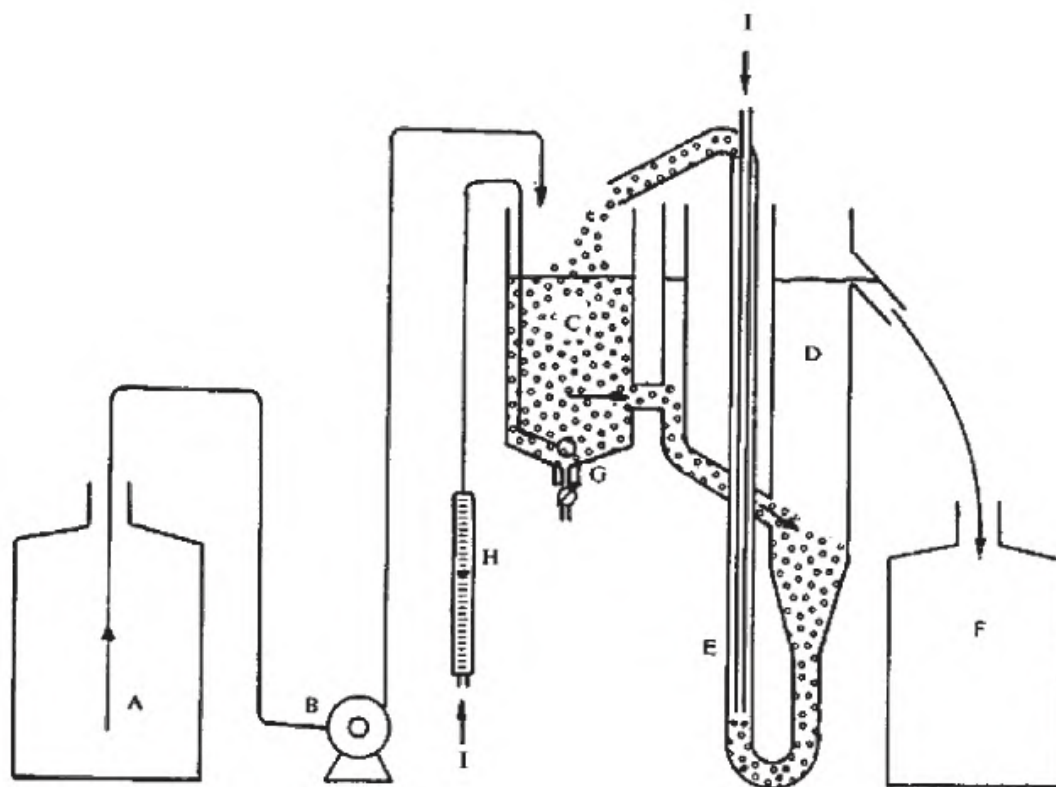
kai:

b	=	karbato tirpalo, sunaudoto mėginio titravimui, tūris ml,
c	=	karbato tirpalo, sunaudoto tuščiojo mėginio titravimui, tūris ml,
f	=	karbato tirpalo koeficientas.

3.5. Rezultatų išraiška

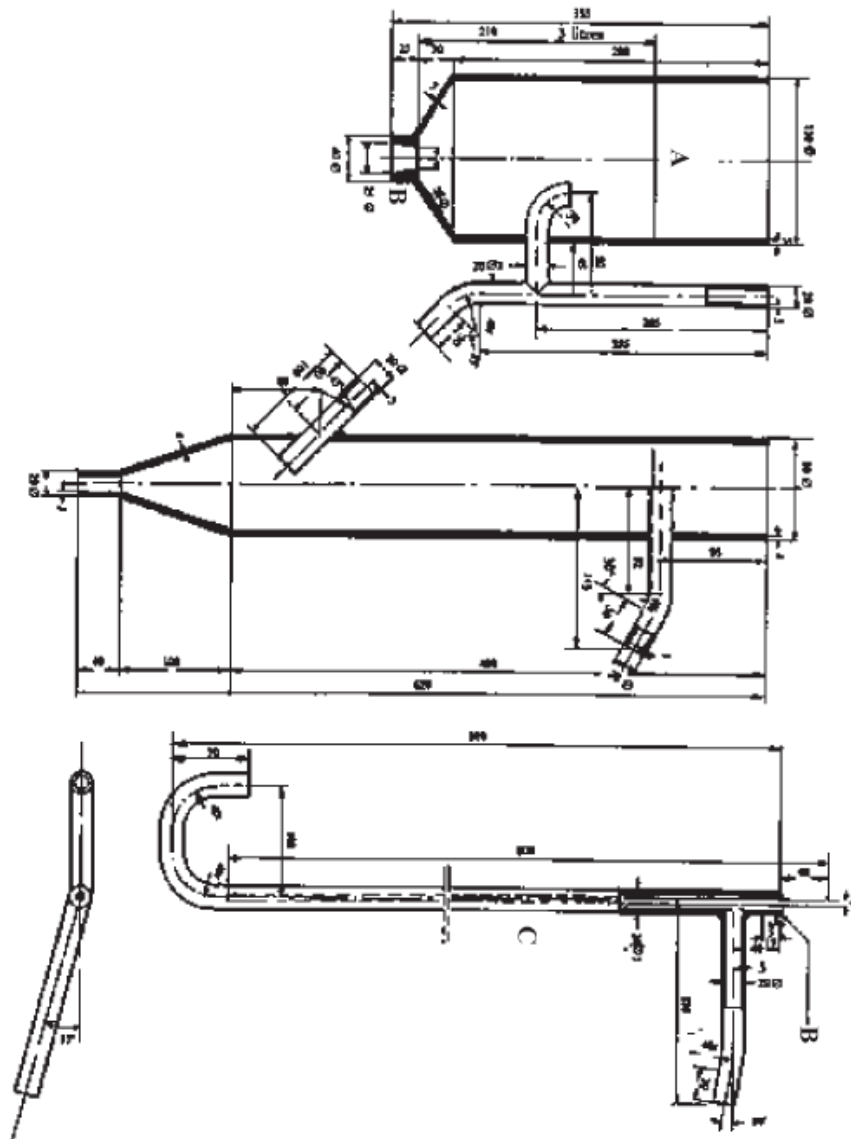
Rezultatai 0,1 tikslumu išreiškiami NP 10 ekvivalentu mg/l.

1 pav. Įrenginys su aktyviuoju dumblu: schema



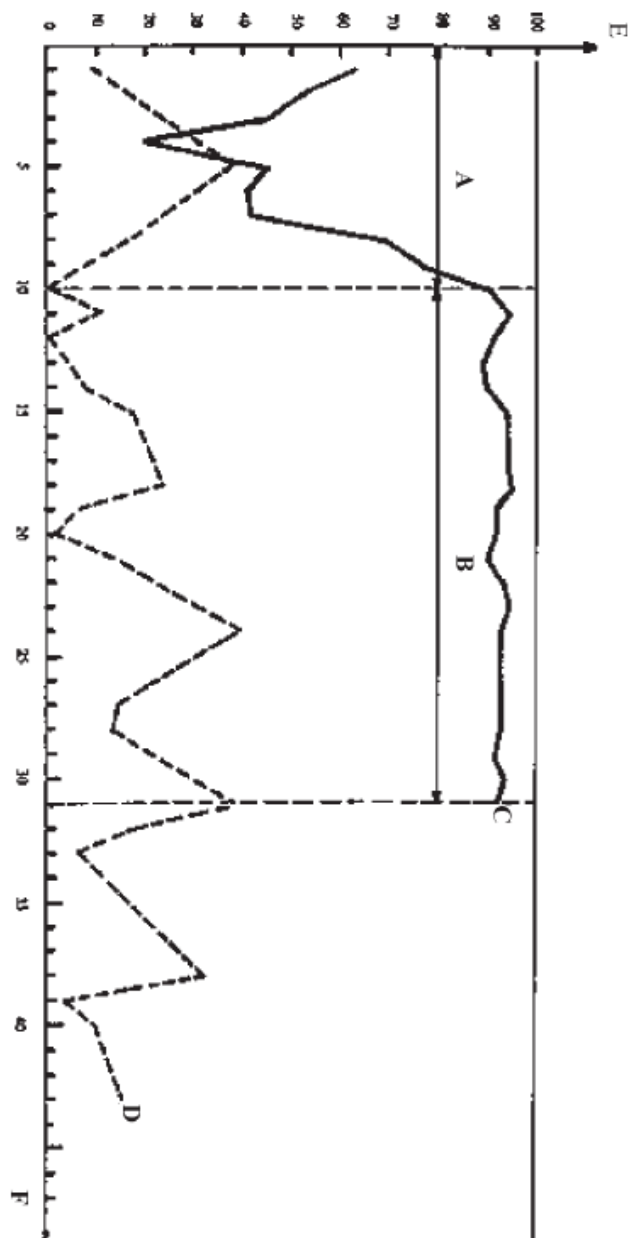
A	Nuotekų rinktuvas
B	Dozatorius
C	Aerotankas (3 l talpa)
D	Nusodintuvas
E	Oro siurblys
F	Rinktuvas
G	Sukepinto stiklo aeratorius
H	Oro debitmatis
I	Oras

2 pav. Įrenginys su aktyviuoju dumblu: detalė (matmenys milimetrais)



A	Skysčio lygis
B	Kietas PVC
C	Stiklas arba vandeniui nelaidus plastikas (kietas PVC)

3 pav. Biologinio skaidumo apskaičiavimas. Patvirtinamasis bandymas



A	Pradinis laikotarpis
B	Apskaičiavimui skirtas laikotarpis (dvidešimt viena diena)
C	Lengvai biologiškai skaidoma paviršinio aktyvumo medžiaga
D	Nelengvai biologiškai skaidoma paviršinio aktyvumo medžiaga
E	Biologinis skaidymas (%)

F	Laikas (dienomis)
---	-------------------

VIII PRIEDAS
ATITIKTIES LENTELĖ

Reglamentas (EB) Nr. 648/2004	Šis reglamentas
1 straipsnio 1 dalis	1 straipsnio 1 dalis
1 straipsnio 2 dalis	–
2 straipsnio 1 dalis	2 straipsnio 1 dalis
2 straipsnio 1a dalis	2 straipsnio 2 dalis
2 straipsnio 1b dalis	2 straipsnio 3 dalis
2 straipsnio 2 dalis	–
2 straipsnio 3 dalis	2 straipsnio 6 dalis
2 straipsnio 4 dalis	2 straipsnio 7 dalis
2 straipsnio 5 dalis	2 straipsnio 8 dalis
2 straipsnio 6 dalis	2 straipsnio 11 dalis
2 straipsnio 7 dalis	–
2 straipsnio 8 dalis	2 straipsnio 12 dalis
2 straipsnio 9 dalis	2 straipsnio 14 dalis
2 straipsnio 9a dalis	2 straipsnio 13 dalis
2 straipsnio 10 dalis	2 straipsnio 15 dalis
2 straipsnio 11 dalis	–
2 straipsnio 12 dalis	2 straipsnio 5 dalis
3 straipsnio 1 dalis	3 straipsnio 1 dalis ir 4 straipsnio 2 dalis
3 straipsnio 2 dalis	–
3 straipsnio 3 dalis	7 straipsnio 1 dalis
4 straipsnio 1 dalis	4 straipsnio 1 dalis
4 straipsnio 2 dalis	–
4 straipsnio 3 dalis	–
4a straipsnis	6 straipsnis
5 straipsnio 1 dalis	–
5 straipsnio 2 dalis	–
5 straipsnio 3 dalis	–
5 straipsnio 4 dalis	–
5 straipsnio 5 dalis	–
5 straipsnio 6 dalis	–
6 straipsnio 1 dalis	–

6 straipsnio 2 dalis	–
6 straipsnio 3 dalis	–
6 straipsnio 4 dalis	–
7 straipsnis	–
8 straipsnio 1 dalis	–
8 straipsnio 2 dalis	–
8 straipsnio 3 dalis	–
8 straipsnio 4 dalis	–
9 straipsnio 1 dalis	8 straipsnio 2 dalis
9 straipsnio 2 dalis	–
9 straipsnio 3 dalis	7 straipsnio 6 dalis
10 straipsnio 1 dalis	–
10 straipsnio 2 dalis	22 straipsnio 2 dalis
11 straipsnio 1 dalis	1 straipsnio 2 dalies b punktas
11 straipsnio 2 ir 3 dalys	15 straipsnio 3 dalis
11 straipsnio 4 dalis	15 straipsnio 4 dalis
11 straipsnio 5 dalis	15 straipsnio 5 dalis
11 straipsnio 6 dalis	–
12 straipsnis	28 straipsnis
13 straipsnis	26 straipsnis
13a straipsnio 1 dalis	27 straipsnio 1 dalis
13a straipsnio 2 dalis	27 straipsnio 2 dalis
13a straipsnio 3 dalis	27 straipsnio 3 dalis
13a straipsnio 4 dalis	27 straipsnio 5 dalis
13a straipsnio 5 dalis	27 straipsnio 6 dalis

14 straipsnio 1 dalis	3 straipsnio 2 dalis
14 straipsnio 2 dalis	–
14 straipsnio 3 dalis	–
14 straipsnio 4 dalis	–
14 straipsnio 5 dalis	–
15 straipsnio 1 dalies pirma pastraipa	24 straipsnio 1 dalis
15 straipsnio 1 dalies antra pastraipa	24 straipsnio 3 dalis
15 straipsnio 2 dalis	25 straipsnio 4 dalis
16 straipsnio 1 dalis	–
16 straipsnio 2 dalis	–
17 straipsnis	33 straipsnis
18 straipsnis	29 straipsnis
19 straipsnis	35 straipsnis