

V Bruseli 2. mája 2023
(OR. en)

Medziinštitucionálny spis:
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

SPRIEVODNÁ POZNÁMKA

Od:	Martine DEPREZOVÁ, riaditeľka, v zastúpení generálnej tajomníčky Európskej komisie
Dátum doručenia:	28. apríla 2023
Komu:	Thérèse BLANCHETOVÁ, generálna tajomníčka Rady Európskej únie
Č. dok. Kom.:	COM(2023) 217 final
Predmet:	PRÍLOHY k návrhu nariadenia Európskeho parlamentu a Rady o detergentoch a povrchovo aktívnych látkach a o zmene nariadenia (EÚ) 2019/1020 a zrušení nariadenia (ES) č. 648/2004

Delegáciám v prílohe zasielame dokument COM(2023) 217 final.

Príloha: COM(2023) 217 final



EURÓPSKA
KOMISIA

V Bruseli 28. 4. 2023
COM(2023) 217 final

ANNEXES 1 to 8

PRÍLOHY

k

návrhu nariadenia Európskeho parlamentu a Rady

**o detergentoch a povrchovo aktívnych látkach a o zmene nariadenia (EÚ) 2019/1020
a zrušení nariadenia (ES) č. 648/2004**

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

PRÍLOHA I

POŽIADAVKY NA BIODEGRADOVATEĽNOSŤ PODĽA ČLÁNKU 4

KRITÉRIÁ ÚPLNEJ BIODEGRADOVATEĽNOSTI A SKÚŠOBNÉ METÓDY PRE POVRCHOVO AKTÍVNE LÁTKY A POVRCHOVO AKTÍVNE LÁTKY V DETERGENTOCH

1. Referenčná metóda laboratórneho skúšania úplnej biodegradovateľnosti povrchovo aktívnych látok v tomto nariadení je založená na norme EN ISO 14593:1999 (skúška CO₂ headspace).
2. Povrchovo aktívne látky a povrchovo aktívne látky obsiahnuté v detergentoch musia byť úplne biodegradovateľné, ako sa určuje v súlade s kritériami stanovenými v bode 3.
3. Povrchovo aktívne látky a povrchovo aktívne látky obsiahnuté v detergentoch sa považujú za úplne biodegradovateľné, ak spĺňajú jedno z týchto kritérií:
 - a) úroveň biodegradovateľnosti (mineralizácie) meraná podľa jednej z ďalej uvedených skúšobných metód je najmenej 60 % v priebehu 28 dní:
 - i) Norma EN ISO 14593:1999. Kvalita vody. Hodnotenie úplnej aeróbnej biodegradability organických látok vo vodnom prostredí. Metóda analýzy uvoľneného anorganického uhlíka v uzavretých nádobách (skúška CO₂ headspace);
 - ii) metóda C.4-C Vývoj oxidu uhličitého (CO₂) (modifikovaná Sturmova skúška) opísaná v časti C časti IV prílohy k nariadeniu Komisie (ES) č. 440/2008¹;
 - iii) metóda C.4-D, skúška manometrickej respirometrie, opísaná v časti C časti V prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008;
 - iv) metóda C.4-E, skúška uzavretej fľaše, opísaná v časti C časti VI prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008;
 - v) metóda C.4-F Ministerstva medzinárodného obchodu a priemyslu, Japonsko (M.I.T.I.) opísaná v časti C časti VII prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008;
 - vi) Norma ISO 10708:1997. Kvalita vody. Hodnotenie úplnej aeróbnej biodegradability organických látok vo vodnom prostredí. Metóda stanovenia biochemickej spotreby kyslíka v dvojfázovej skúške s uzavretými fľašami;
 - b) úroveň biodegradovateľnosti (mineralizácie) meraná podľa jednej z ďalej uvedených skúšobných metód je najmenej 70 % v priebehu 28 dní:
 - i) metóda C.4-A skúška na úbytok rozpusteného organického uhlíka v časti C časti II prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008;

¹ Nariadenie Komisie (ES) č. 440/2008 z 30. mája 2008, ktorým sa ustanovujú testovacie metódy podľa nariadenia Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 1907/2006 o registrácii, hodnotení, autorizácii a obmedzovaní chemických látok (REACH) (Ú. v. EÚ L 142, 31.5.2008, s. 1).

- ii) metóda C.4-B, modifikovaná skriningová skúška podľa OECD opísaná v časti C časti III prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008.

Predúprava sa nepoužíva a zásada desaťdňového okna sa neuplatňuje pri žiadnej zo skúšobných metód uvedených v písmenách a) a b).

- 4. Skúšky uvedené v bode 3 vykonávajú laboratória, ktoré spĺňajú ktorúkoľvek z týchto podmienok:
 - a) laboratória spĺňajú zásady správnej laboratórnej praxe stanovené v smernici Európskeho parlamentu a Rady 2004/10/ES² alebo medzinárodné normy uznané za rovnocenné;
 - b) laboratória sú akreditované v súlade s normou pre laboratória uvedenou v nariadení (ES) č. 765/2008.

²

Smernica Európskeho parlamentu a Rady 2004/10/ES z 11. februára 2004 o zosúladzovaní zákonov, predpisov a správnych opatrení uplatňovaných na zásady správnej laboratórnej praxe a overovanie ich uplatňovania pri testoch chemických látok (Ú. v. EÚ L 50, 20.2.2004, s. 44).

PRÍLOHA II

POŽIADAVKY NA DETERGENTY OBSAHUJÚCE MIKROORGANIZMY UVEDENÉ V ČLÁNKU 5

1. Mikroorganizmy zámerne pridané do detergentov musia spĺňať tieto podmienky:
 - a) musia mať číslo kolekcie kultúr amerického typu (American Type Culture Collection, ATCC), musia patriť do zbierky medzinárodného depozitného orgánu (International Depository Authority, IDA), alebo musia mať DNA identifikovanú v súlade s protokolom identifikácie kmeňa „Strain identification protocol“ (pomocou sekvencovania 16S ribozomálnej DNA alebo rovnocennou metódou);
 - b) musia patriť do obidvoch z týchto možností:
 - i) do rizikovej skupiny I vymedzenej v smernici 2000/54/ES – biologické faktory pri práci;
 - ii) do zoznamu kvalifikovaného predpokladu bezpečnosti (QPS) vydaného Európskym úradom pre bezpečnosť potravín (EFSA).

Tento bod sa nevzťahuje na mikroorganizmy zámerne pridávané do detergentov, ktoré sa uvádzajú na trh na účely výskumu a vývoja.

2. Tieto patogénne mikroorganizmy nesmú byť v žiadnom z kmeňov zahrnuté vo finálnom výrobku pri kontrole použitím uvedených skúšobných metód alebo rovnocenných metód:
 - a) *E. coli*, skúšobná metóda ISO 16649-3:2005;
 - b) *Streptococcus (Enterococcus)*, skúšobná metóda ISO 21528-1:2004;
 - c) *Staphylococcus aureus*, skúšobná metóda ISO 6888-1;
 - d) *Bacillus cereus*, skúšobná metóda ISO 7932:2004 alebo ISO 21871;
 - e) *Salmonella*, skúšobná metóda ISO 6579:2002 alebo ISO 19250.
3. Zámerne pridané mikroorganizmy nesmú byť geneticky modifikované mikroorganizmy.
4. Zámerne pridané mikroorganizmy musia byť s výnimkou prirodzenej rezistencie citlivé na každú z hlavných tried antibiotík, konkrétne na aminoglykozid, makrolid, betalaktám, tetracyklín a fluórchinolóny, v súlade s diskovou difúznou metódou Európskeho výboru pre testovanie antimikrobiálnej citlivosti (EUCAST) alebo rovnocennou metódou.
5. Pri uvádzaní na trh musia mať detergenty obsahujúce mikroorganizmy štandardný počet mikroorganizmov rovný alebo vyšší ako 1×10^5 jednotiek tvoriacich kolónie (JTK) na ml v súlade s normou ISO 4833-1:2014.
6. Minimálny čas použiteľnosti detergentu obsahujúceho mikroorganizmy nesmie byť kratší ako 24 mesiacov a počet mikroorganizmov sa každých 12 mesiacov nesmie znížiť o viac ako 10 % v súlade s normou ISO 4833-1:2014.
7. Mikroorganizmy obsiahnuté v detergentoch, ktoré sa uvádzajú na trh vo forme rozprašovača, musia vyhovieť skúške akútnej inhalačnej toxicity v súlade so skúšobnou metódou B.2 opísanou v časti B prílohy k nariadeniu (ES) č. 440/2008.

8. Detergenty obsahujúce mikroorganizmy sa nesmú uvádzať na trh v náhradných náplniach.
9. Všetky tvrdenia výrobcu týkajúce sa pôsobenia mikroorganizmov obsiahnutých vo výrobku musia byť podložené skúškami vykonanými treťou stranou.
10. Na etikete alebo pri akomkoľvek inom označovaní je zakázané tvrdiť alebo poukazovať na to, že detergent má antimikrobiálny alebo dezinfekčný účinok, pokiaľ dotknutý detergent nie je v súlade s nariadením (EÚ) č. 528/2012.
11. Skúšky uvedené v bodoch 2, 5, 6, 7 a 9 vykonávajú laboratória, ktoré spĺňajú ktorúkoľvek z týchto podmienok:
 - a) laboratória spĺňajú zásady správnej laboratórnej praxe stanovené v smernici Európskeho parlamentu a Rady 2004/10/ES³ alebo medzinárodné normy uznané za rovnocenné;
 - b) laboratória sú akreditované v súlade s normou pre laboratória uvedenou v nariadení (ES) č. 765/2008.

³ Smernica Európskeho parlamentu a Rady 2004/10/ES z 11. februára 2004 o zosúladzovaní zákonov, predpisov a správnych opatrení uplatňovaných na zásady správnej laboratórnej praxe a overovanie ich uplatňovania pri testoch chemických látok (Ú. v. EÚ L 50, 20.2.2004, s. 44).

PRÍLOHA III

OBMEDZENIA OBSAHU FOSFÁTOV A INÝCH ZLÚČENÍN FOSFORU UVEDENÉ V ČLÁNKU 6

Detergenty	Obmedzenia
Spotrebiteľské pracie detergenty	Nesmú sa uvádzať na trh, ak je celkový obsah fosforu rovný alebo väčší ako 0,5 gramu v odporúčanom množstve detergentu, ktorý sa má použiť na hlavný cyklus prania pre štandardnú náplň práčky, ako sa vymedzuje v časti B prílohy V pre tvrdú vodu: – pre „bežne znečistené textílie“ v prípade detergentov s vysokou účinnosťou, – pre „slabo znečistené textílie“ v prípade detergentov pre jemné textílie.
Spotrebiteľské detergenty pre automatické umývačky riadu	Nesmú sa uvádzať na trh, ak je celkový obsah fosforu rovný alebo väčší ako 0,3 gramu v štandardnej dávke, ako sa vymedzuje v časti B prílohy V.

PRÍLOHA IV

POSTUP POSUDZOVANIA ZHODY UVEDENÝ V ČLÁNKU 7 ODS. 2

Modul A – Vnútna kontrola výroby

1. Opis modulu

Vnútna kontrola výroby je postup posudzovania zhody, ktorým si výrobca plní povinnosti uvedené v bodoch 2, 3 a 4 a zaručuje a vyhlasuje na svoju vlastnú zodpovednosť, že dotknutý detergent alebo povrchovo aktívna látka spĺňajú požiadavky tohto nariadenia, ktoré sa na ne vzťahujú.

2. Technická dokumentácia

2.1. Výrobca vypracuje technickú dokumentáciu. Uvedená dokumentácia musí umožniť posúdenie zhody detergentu alebo povrchovo aktívnej látky s príslušnými požiadavkami a musí obsahovať primeranú analýzu a posúdenie rizík.

2.2. V technickej dokumentácii sa špecifikujú uplatniteľné požiadavky a zahŕňa, ak je to pre posudzovanie relevantné, zloženie a informácie o výrobe a zamýšľanom použití detergentu alebo povrchovo aktívnej látky. Technická dokumentácia musí v prípade potreby obsahovať aspoň tieto prvky:

- a) všeobecný opis detergentu alebo povrchovo aktívnej látky a ich plánovaného použitia;
- b) protokoly o skúškach preukazujúce súlad s prílohou I, prípadne s prílohami II a III;
- c) zoznam skúšobných metód použitých na preukázanie súladu s požiadavkami tohto nariadenia;
- d) výsledky uskutočnených výpočtov a vykonaných skúšok;
- e) zoznam zložiek, ktorý spĺňa tieto požiadavky:
 - i) uvádzajú sa v ňom všetky zámerne pridané látky a konzervačné látky uvedené v časti A prílohy V;
 - ii) pri každej zložke je uvedený jej všeobecný chemický názov alebo názov IUPAC a, ak je k dispozícii, aj názov INCI, CAS číslo, názov podľa Európskeho liekopisu;
 - iii) všetky látky sa uvádzajú v zostupnom poradí podľa hmotnosti a zoznam je rozdelený podľa týchto rozpätí hmotnostných percent:
 1. 10 % alebo viac;
 2. 1 % alebo viac, ale menej ako 10 %;
 3. 0,1 % alebo viac, ale menej ako 1 %;
 4. menej ako 0,1 %.

Na účely písmena e) sa parfum, esenciálny olej alebo farbivo považujú za jednu zložku.

3. Výroba

Výrobca prijme všetky opatrenia potrebné na to, aby sa výrobným procesom a jeho monitorovaním zabezpečila zhoda detergentu alebo povrchovo aktívnej látky

s technickou dokumentáciou uvedenou v bode 2 a s požiadavkami tohto nariadenia, ktoré sa na ne vzťahujú.

PRÍLOHA V
POŽIADAVKY NA OZNAČOVANIE

ČASŤ A – OZNAČOVANIE OBSAHU

Informácie, ktoré sa majú uvádzať na etiketách detergentov a povrchovo aktívnych látok sprístupnených na trhu

1. Rozpätia hmotnostných percent „menej ako 5 %“, „5 % alebo viac, ale menej ako 15 %“, „15 % alebo viac, ale menej ako 30 %“, „30 % a viac“ sa používajú na označenie obsahu zložiek uvedených ďalej v texte, ak sa pridávajú v koncentrácii vyššej ako 0,2 % hmotnosti:
 - a) fosfáty;
 - b) fosfonáty;
 - c) aniónové povrchovo aktívne látky;
 - d) kationové povrchovo aktívne látky;
 - e) amfotérne povrchovo aktívne látky;
 - f) neiónové povrchovo aktívne látky;
 - g) bieliace činidlá na báze kyslíka;
 - h) bieliacie činidlá na báze chlóru;
 - i) EDTA a jej soli;
 - j) NTA (kyselina nitrilotrioctová) a jej soli;
 - k) fenoly a halogénované fenoly;
 - l) *para*-dichlórbenzén;
 - m) aromatické uhl'ovodíky;
 - n) alifatické uhl'ovodíky;
 - o) halogénované uhl'ovodíky;
 - p) mydlo;
 - q) zeolity;
 - r) polykarboxyláty.
2. Ak sa dopĺňajú nasledujúce triedy zložiek, uvedú sa bez ohľadu na ich koncentráciu:
 - a) enzýmy;
 - b) mikroorganizmy;
 - c) optické zosvetľovače;
 - d) parfumy.
3. Konzervačné látky sa uvádzajú podľa možnosti pomocou systému uvedeného v článku 33 nariadenia (ES) č. 1223/2009 bez ohľadu na ich koncentráciu za predpokladu, že spĺňajú tieto podmienky:

- a) prispievajú ku kvalifikácii detergentu ako ošetrovaného výrobku v zmysle článku 3 ods. 1 písm. l) nariadenia (EÚ) č. 528/2012;
- b) sú označené na zložke detergentu.

Podmienka uvedená v prvom pododseku písm. b) nemusí byť splnená, ak konzervačné látky neprekračujú koncentračné limity na vyvolanie reakcie uvedené v bode 3.4.3.3 /tabuľke 3.4.6 prílohy I k nariadeniu (ES) č. 1272/2008 alebo v konečnom výrobku už nemajú funkciu konzervácie, a to ani v synergii s inými konzervačnými látkami.

- 4. Ak sú pridané v koncentráciách vyšších ako 0,01 % hmotnosti, alergénne vonné látky, ktoré sú uvedené v položkách 45, 67 – 92 a [X] až [X] prílohy III k nariadeniu (ES) č. 1223/2009, sa označia pomocou systému uvedeného v článku 33 uvedeného nariadenia. Prvá veta sa nevzťahuje na alergénne vonné látky, ktoré spĺňajú prahové hodnoty týkajúce sa označovania podľa nariadenia (ES) č. 1272/2008.
- 5. Požiadavky uvedené v bodoch 1 až 4 sa neuplatňujú na profesionálne detergenty a povrchovo aktívne látky za predpokladu, že informácie rovnocenné s informáciami požadovanými v uvedených bodoch sú uvedené v oddiele 15 karty bezpečnostných údajov vypracovanej v súlade s článkom 31 nariadenia (ES) č. 1907/2006.
- 6. Okrem informácií uvedených v bodoch 1 až 5 musí etiketa detergentov obsahujúcich mikroorganizmy podľa potreby obsahovať tieto informácie:
 - a) označenie alebo bezpečnostné upozornenie, že výrobok sa nemá používať na povrchoch prichádzajúcich do styku s potravinami;
 - b) údaj o čase použiteľnosti daného výrobku;
 - c) v prípade potreby pokyny na používanie alebo osobitné bezpečnostné upozornenia.

ČASŤ B – OZNAČOVANIE INFORMÁCIÍ O DÁVKOVANÍ

Informácie, ktoré sa majú uvádzať na etikete spotrebiteľských pracích detergentov a spotrebiteľských detergentov pre automatické umývačky riadu

- 1. Etiketa spotrebiteľských pracích detergentov musí obsahovať tieto informácie:
 - a) odporúčané množstvá a/alebo návod na dávkovanie vyjadrené v mililitroch alebo gramoch primerane pre štandardnú náplň práčky pri praní v mäkkej, stredne tvrdej a tvrdej vode a so zohľadnením jednocyklových alebo dvojcyklových pracích procesov;
 - b) pre detergenty s vysokou účinnosťou počet štandardných náplní práčky „bežne znečistenými textíliami“ a pre detergenty určené pre jemné textílie, počet štandardných náplní práčky „slabo znečistenými textíliami“, ktoré možno oprat' s jedným balením detergentu s použitím stredne tvrdej vody zodpovedajúcej 2,5 milimolov CaCO_3/l ;
 - c) obsah každej odmernej nádoby, ak je priložená, sa uvádza v mililitroch alebo gramoch a sú na nej označené dávky detergentu vhodné pre štandardnú náplň práčky pri použití mäkkej, stredne tvrdej a tvrdej vody.
- 2. Na účely bodu 1 je štandardná náplň práčky 4,5 kg suchých textílií pre detergenty s vysokou účinnosťou a 2,5 kg suchých textílií pre detergenty s nízkou účinnosťou.

Detergent sa považuje za detergent s vysokou účinnosťou, ak sa v prehlásení výrobcu nezdôrazňuje šetrnosť k textíliám, t. j. pranie pri nízkej teplote, jemné vlákna a farby.

3. Na etikete spotrebiteľských detergentov pre automatické umývačky riadu sa uvádza štandardné dávkovanie vyjadrené v gramoch alebo mililitroch alebo v počtoch tabliet na hlavný umývací cyklus pre bežne znečistený riad v plne naplnenej umývačke riadu pre 12 súprav, prípadne s uvedením hodnôt pri použití mäkkej, stredne tvrdej a tvrdej vody.

ČASŤ C – DIGITÁLNE OZNAČOVANIE

Iba na digitálnej etikete sa môžu v súlade s článkom 16 ods. 1 druhým pododsekom a spôsobom uvedeným v danej časti uvádzať tieto informácie o obsahu uvedené v časti A:

- a) aniónové povrchovo aktívne látky;
- b) kationové povrchovo aktívne látky;
- c) amfotérne povrchovo aktívne látky;
- d) neiónové povrchovo aktívne látky;
- e) fosfáty;
- f) fosfonáty;
- g) mydlo.

ČASŤ D – ZJEDNODUŠENÉ INFORMÁCIE O DÁVKOVANÍ SPOTREBITEĽSKÝCH PRACÍCH DETERGENTOV

Zjednodušená dávkovacia tabuľka obsahuje tieto informácie:

- a) základné pokyny na použitie, ak je to relevantné;
- b) odporúčané množstvá na základe strednej/priemernej tvrdosti vody a rôznych úrovní znečistenia textílií a
- c) údaj o náplni práčky.

PRÍLOHA VI
PAS VÝROBKU

Pas výrobku obsahuje tieto informácie:

- a) jedinečný identifikátor výrobku detergentu alebo povrchovo aktívnej látky;
- b) meno/názov, adresu výrobcu alebo splnomocneného zástupcu výrobcu, ako aj jedinečný identifikátor subjektu výrobcu;
- c) identifikáciu detergentu alebo povrchovo aktívnej látky umožňujúcu výsledovateľnosť vrátane dostatočne jasnej farebnej fotografie umožňujúcej identifikáciu detergentu alebo povrchovo aktívnej látky;
- d) kód tovaru, pod ktorým sú detergent alebo povrchovo aktívna látka zatriedené v čase zhotovenia pasu výrobku, ako sa stanovuje v nariadení Rady (EHS) č. 2658/87⁴;
- e) odkazy na právne akty Únie, s ktorými je detergent alebo povrchovo aktívna látka v súlade;
- f) úplný zoznam látok zámerne pridaných do detergentu alebo povrchovo aktívnej látky a konzervačných látok označených v súlade s časťou A bodom 3 prvým pododsekom písm. b) prílohy V s použitím medzinárodnej nomenklatúry kozmetických zložiek alebo, ak nie je k dispozícii, názov podľa Európskeho liekopisu, a ak ani tento názov nie je k dispozícii, bežný chemický názov alebo názov podľa Medzinárodnej únie pre čistú a aplikovanú chémiu.

Povinnosť uvedená v písmene f) sa nevzťahuje na profesionálne detergenty ani povrchovo aktívne látky pre profesionálne detergenty, pre ktoré je k dispozícii karta bezpečnostných údajov uvedená v článku 31 nariadenia (ES) č. 1907/2006.

⁴ Nariadenie Rady (EHS) č. 2658/87 z 23. júla 1987 o colnej a štatistickej nomenklatúre a o Spoločnom colnom sadzobníku (Ú. v. ES L 256, 7.9.1987, s. 1).

PRÍLOHA VII

SKÚŠOBNÉ METÓDY UVEDENÉ V ČLÁNKU 22 ods. 2.

1. REFERENČNÁ METÓDA (POTVRDZUJÚCA SKÚŠKA)

1.1. Vymedzenie

Táto metóda opisuje laboratórny model aktivovaného kalu a sekundárnu sedimentačnú nádobu, ktorá je určená na simuláciu úpravy odpadovej vody. Na túto skúšobnú metódu je možné použiť vylepšené zmodernizované prevádzkové podmienky ako sa uvádza v norme EN ISO 11733.

1.2. Zariadenie potrebné na meranie

Pri tejto metóde merania sa používa malé zariadenie pracujúce s aktivovaným kalom, ktoré je zobrazené na obrázku 1 a podrobnejšie na obrázku 2. Zariadenie pozostáva zo zásobníka na modelovú odpadovú vodu A, dávkovacieho čerpadla B, prevzdušňovacej nádoby C, sedimentačnej nádoby D, vzduchovej pumpy E na recirkuláciu aktivovaného kalu a nádoby F na zbieranie upravenej odtokovej vody.

Nádoby A a F musia byť zo skla alebo z vhodného plastu a s objemom najmenej 24 litrov. Čerpadlo B musí zabezpečovať stály prítok modelovej odpadovej vody do prevzdušňovacej nádoby; v bežnej prevádzke táto nádoba obsahuje tri litre zmiešanej tekutiny. V nádobe C je vo vrchole kužeľa zavesená prevzdušňovacia frita G. Množstvo vzduchu prechádzajúceho prevzdušňovačom sa monitoruje pomocou prietokometra H.

1.3. Modelová odpadová voda

Na vykonanie skúšky sa používa modelová odpadová voda. V jednom litri vodovodnej vody sa rozpustí:

- 160 mg peptónu,
- 110 mg mäsového extraktu,
- 30 mg močoviny, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$,
- 7 mg chloridu sodného, NaCl ,
- 4 mg chloridu vápenatého, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 2 mg síranu horečnatého, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- 28 mg hydrogenufosforečnanu didraselného, K_2HPO_4
- a 10 ± 1 mg povrchovo aktívnej látky.

Modelová odpadová voda sa denne pripravuje čerstvá.

1.4. Príprava vzoriek

Povrchovo aktívne látky neznámeho zloženia sa skúmajú v pôvodnom stave. Musí sa stanoviť aktívny obsah povrchovo aktívnej látky vo vzorkách, aby sa mohla pripraviť modelová odpadová voda (bod 1.3).

1.5. Činnosť zariadenia

Najskôr sa modelovou odpadovou vodou naplní prevzdušňovacia nádoba C a sedimentačná nádoba D. Výšku nádoby D treba nastaviť tak, aby objem obsiahnutý

v prevzdušňovacej nádobe C bol tri litre. Inokulácia sa vykoná pridaním 3 ml sekundárne vyčistenej odtokovej vody dobrej kvality, čerstvo odobranej z čistiarne upravujúcej prevažne odpadovú vodu z domácností. Túto odtokovú vodu treba v čase medzi odobratím vzorky a jej použitím uchovávať v aeróbnych podmienkach. Potom sa uvedie do prevádzky prevzdušňovač G, vzduchová pumpa E a dávkovacie zariadenie B. Modelová odpadová voda musí pretekať prevzdušňovacou nádobou C rýchlosťou jeden liter za hodinu, z toho vyplýva, že priemerný retenčný čas je tri hodiny.

Intenzita prevzdušňovania by sa mala regulovať tak, aby sa obsah nádoby C neustále udržiaval v suspenzii a obsah rozpusteného kyslíka bol najmenej 2 mg/l. Vhodným spôsobom treba zabrániť peneniu. Nesmú sa použiť protipeniace činidlá, ktoré inhibujú aktivovaný kal alebo obsahujú povrchovo aktívne látky. Vzduchová pumpa E sa nastaví tak, aby sa aktivovaný kal zo sedimentačnej nádoby nepretržite a pravidelne recykloval do prevzdušňovacej nádoby C. Kal, ktorý sa nahromadí okolo hornej časti prevzdušňovacej nádoby C, na dne sedimentačnej nádoby D alebo v cirkulačnom okruhu, treba najmenej raz za deň vrátiť späť do cirkulácie zoškrabaním kefkou alebo nejakým iným vhodným spôsobom. Ak sa kal neusadzuje, jeho sedimentovateľnosť je možné zvýšiť opakovaným pridaním 2 ml dávok 5 % roztoku chloridu železitého.

Odtoková voda zo sedimentačnej nádoby D sa počas 24 hodín zbiera v nádobe F, potom sa po dôkladnom premiešaní odoberie vzorka. Nádobu F je potom treba dôkladne vyčistiť.

1.6. Kontrola meracieho zariadenia

Obsah povrchovo aktívnej látky (v mg/l) v modelovej odpadovej vode sa stanoví bezprostredne pred použitím.

Obsah povrchovo aktívnej látky (v mg/l) v odtokovej vode zachytávanej počas 24 hodín v nádobe F by sa mal analyticky stanoviť rovnakou metódou ihneď po odbere; inak treba vzorky uchovať, najlepšie zmrazením. Koncentrácie sa stanovia s presnosťou na 0,1 mg/l povrchovej aktívnej látky.

Pre kontrolu účinnosti procesu sa najmenej dvakrát týždenne meria chemická spotreba kyslíka (ChSK) alebo obsah rozpusteného organického uhlíka (DOC) v odtokovej vode prefiltrovanej cez sklenú vatu a zozbieranej v nádobe F a v prefiltrovanej modelovej odpadovej vode v nádobe A.

Úbytok ChSK alebo DOC by sa mal stabilizovať pri dosiahnutí približne štandardného denného rozkladu povrchovo aktívnej látky na konci doby nábehu zobrazenej na obrázku 3.

Obsah sušiny v aktivovanom kale obsiahnutom v prevzdušňovacej nádobe by sa mal zisťovať dvakrát týždenne (v g/l). Ak je jej viac než 2,5 g/l, nadbytočný aktivovaný kal sa odstráni.

Skúška rozkladu sa vykonáva pri teplote miestnosti; táto teplota by mala byť stála a mala by sa udržiavať medzi 19 – 24 °C.

1.7. Výpočet bidegradovateľnosti

Percento rozkladu povrchovo aktívnej látky sa vypočítava denne na základe obsahu povrchovo aktívnej látky v mg/l v modelovej odpadovej vode a v zodpovedajúcej odtokovej vode zozbieranej v nádobe F.

Takto získané hodnoty degradovateľnosti by sa mali graficky znázorniť, ako sa uvádza na obrázku 3.

Degradovateľnosť povrchovo aktívnej látky sa vypočíta ako aritmetický priemer hodnôt získaných počas 21 dní po dobe nábehu a aklimatizácie, počas ktorých bol rozklad pravidelný a prevádzka zariadenia bola bezporuchová. Doba nábehu by v žiadnom prípade nemala presiahnuť šesť týždňov.

Denné hodnoty rozkladu sa vypočítajú s presnosťou na 0,1 %, konečný výsledok sa však zaokrúhli na najbližšie celé číslo.

V niektorých prípadoch je možné frekvenciu odberov vzoriek znížiť, na výpočet priemernej hodnoty by sa však mali použiť hodnoty najmenej zo 14 odberov získaných počas 21 dní nasledujúcich po dobe nábehu.

2. STANOVENIE ANIÓNOVÝCH POVRCHOVO AKTÍVNYCH LÁTOK PRI SKÚŠKACH BIODEGRADOVATEĽNOSTI

2.1. Princíp

Metóda je založená na skutočnosti, že kationové farbivo metylénová modrá tvorí modré soli s aniónovými povrchovo aktívnymi látkami (MBAS), ktoré je možné extrahovať chloroformom. V záujme vylúčenia interferencie sa extrahuje najskôr z alkalického roztoku a extrakt sa potom pretrepe s kyslým roztokom metylénovej modrej. Absorbancia oddelenej organickej fázy sa meria fotometricky pri vlnovej dĺžke maximálnej absorpcie 650 nm.

2.2. Chemikálie a vybavenie

2.2.1. Tlmivý roztok $pH = 10$

V deionizovanej vode sa rozpustí 24 g hydrogenuhličitanu sodného, NaHCO_3 p. a. a 27 g bezvodého uhličitanu sodného, Na_2CO_3 p. a. a zriedi sa na objem 1 000 ml.

2.2.2. Neutrálny roztok metylénovej modrej

V deionizovanej vode sa rozpustí 0,35 g metylénovej modrej p. a. a zriedi sa na objem 1 000 ml. Roztok sa pripraví aspoň 24 hodín pred použitím. Absorbancia slepého stanovenia chloroformovej fázy meraná proti chloroformu nesmie pri 650 nm presiahnuť 0,015 na 1 cm hrúbky vrstvy.

2.2.3. Kyslý roztok metylénovej modrej

V 500 ml deionizovanej vody sa rozpustí 0,35 g metylénovej modrej p. a. a zmieša sa s 6,5 ml H_2SO_4 ($\rho = 1,84 \text{ g/ml}$). Roztok sa zriedi deionizovanou vodou na objem 1 000 ml. Roztok sa pripraví aspoň 24 hodín pred použitím. Absorbancia slepého stanovenia chloroformovej fázy meraná proti chloroformu nesmie pri 650 nm presiahnuť 0,015 na 1 cm hrúbky vrstvy.

- 2.2.4. *Chloroform (trichlórmetán) p. a. čerstvo destilovaný*
- 2.2.5. *Metylester kyseliny dodecylbenzénsulfónovej*
- 2.2.6. *Etanolvý roztok hydroxidu draselného, KOH 0,1 M*
- 2.2.7. *Etanol čistý, C₂H₅OH*
- 2.2.8. *Kyselina sírová, H₂SO₄ 0,5 M*
- 2.2.9. *Roztok fenolftaleínu*

Rozpustí sa 1 g fenolftaleínu v 50 ml etanolu a za stáleho miešania sa pridá 50 ml deionizovanej vody. Prípadná zrazenina sa odfiltruje.
- 2.2.10. *Metanolvý roztok kyseliny chlorovodíkovej: 250 ml kyseliny chlorovodíkovej p. a. a 750 ml metanolu*
- 2.2.11. *Oddelovací lievik, 250 ml*
- 2.2.12. *Odmerná banka, 50 ml*
- 2.2.13. *Odmerná banka, 500 ml*
- 2.2.14. *Odmerná banka, 1 000 ml*
- 2.2.15. *Banka s guľatým dnom, zábrusovou sklenenou zátkou a spätným chladičom, 250 ml; varné kamienky*
- 2.2.16. *Merač pH*
- 2.2.17. *Fotometer na meranie pri 650 nm s jeden až päťcentimetrovými kvetami*
- 2.2.18. *Filtračný papier pre kvalitatívnu analýzu*

2.3. Postup

Analytické vzorky sa nesmú odoberať cez penovú vrstvu.

Po dôkladnom vyčistení vodou sa zariadenie používané na analýzu musí pred použitím riadne premyť metanolvým roztokom kyseliny chlorovodíkovej (bod 2.2.10) a potom deionizovanou vodou.

Vodu vstupujúcu do zariadenia pracujúceho s aktivovaným kalom a odtokovú vodu, ktoré sa budú skúšať, treba prefiltrovať okamžite pri odobratí vzorky. Prvých 100 ml filtrátu sa vyleje.

Odmeraný objem vzorky, v prípade potreby zneutralizovaný, sa vyleje do oddelovacieho lievika s objemom 250 ml (bod 2.2.11). Objem vzorky by mal obsahovať 20 až 150 g MBAS. Pri nižšom obsahu MBAS možno použiť až 100 ml vzorky. Ak sa použije menej ako 100 ml, vzorka sa zriedi na objem 100 ml deionizovanou vodou. K vzorke sa pridá 10 ml tlmivého roztoku (bod 2.2.1), 5 ml neutrálneho roztoku metylénovej modrej (bod 2.2.2) a 15 ml chloroformu (bod 2.2.4). Zmes sa rovnomerne a opatrne pretrepáva jednu minútu. Po oddelení fáz sa chloroformová vrstva preleje do druhého oddelovacieho lievika obsahujúceho 110 ml deionizovanej vody a 5 ml kyslého roztoku metylénovej modrej (bod 2.2.3). Zmes sa pretrepáva jednu minútu. Chloroformová vrstva sa prefiltruje cez vopred premytý vatový filter navlhčený chloroformom do odmernej banky (2.2.12).

Zásaditý a kyslý roztok sa trikrát extrahuje, pričom pre druhú a tretiu extrakciu sa použije 10 ml chloroformu. Spojené chloroformové extrakty sa prefiltrujú cez ten istý vatový filter a doplnia sa v odmernej banke s objemom 50 ml (bod 2.2.12) po značku

chloroformom použitým na premytie vaty. Zmeria sa absorbancia chloroformového roztoku fotometrom pri 650 nm v jeden až päťcentimetrových kyvetách oproti chloroformu. Pre celý postup sa vykoná slepý pokus.

2.4. Kalibračná krivka

Pripraví sa kalibračný roztok štandardnej látky metylesteru kyseliny dodecylbenzénsulfónovej (tetrapropylénový typ s mólovou hmotnosťou 340) po zmydelnení na draselnú soľ. MBAS sa počíta ako dodecylbenzénsulfonát sodný (mólová hmotnosť 348).

Z vážiacej pipety sa odváži 400 až 450 mg metylesteru kyseliny dodecylbenzénsulfónovej (bod 2.2.5) s presnosťou na 0,1 mg do banky s okrúhlym dnom a pridá sa 50 ml etanolového roztoku hydroxidu draselného (bod 2.2.6) a niekoľko varných kamienkov. Po nasadení spätného chladiča sa udržiava pri vare jednu hodinu. Po ochladení sa chladič a zábrusový sklenený spoj premyjú približne s 30 ml etanolu a tieto výplachy sa pridávajú k obsahu banky. Roztok sa titruje kyselinou sírovou na fenolftaleín až kým sa neodfarbí. Uvedený roztok sa preleje do odmernej banky s objemom 1 000 ml (bod 2.2.14), doplní sa po značku deionizovanou vodou a premieša sa.

Potom sa časť z tohto zásobného roztoku povrchovo aktívnej látky ďalej zriedi. Odoberie sa 25 ml, preleje sa do odmernej banky s objemom 500 ml (bod 2.2.13), doplní sa po značku deionizovanou vodou a premieša sa.

Tento štandardný roztok obsahuje:

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

kde E = hmotnosť vzorky v mg.

Na zostavenie kalibračnej krivky sa postupne odoberú dávky 1, 2, 4, 6, 8 ml štandardného roztoku a zriedia sa vždy na objem 100 ml deionizovanou vodou. Ďalej sa postupuje tak, ako sa uvádza v bode 2.3 vrátane slepého pokusu.

2.5. Výpočet výsledkov

Množstvo aniónovej povrchovo aktívnej látky (MBAS) vo vzorke sa odčíta z kalibračnej krivky (bod 2.4). Obsah MBAS vo vzorke sa vypočíta zo vzorca:

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

kde: V = objem použitej vzorky v ml

Výsledky sa vyjadria ako dodecylbenzénsulfonát sodný (molárna hmotnosť 348).

2.6. Vyjadrenie výsledkov

Výsledky sa vyjadrujú ako MBAS v mg/l zaokrúhlené na jedno desatinné miesto.

3. STANOVENIE NEIÓNOVÝCH POVRCHOVO AKTÍVNYCH LÁTOK V TEKUTINÁCH PRI SKÚŠKACH BIODEGRADÁCIE

3.1. Princíp

Povrchovo aktívne látky sa skoncentrujú a oddelia sa stripovaním plynom. Množstvo neiónových povrchovo aktívnych látok v použitej vzorke by malo byť v rozsahu 250 až 800 g.

Povrchovo aktívna látka získaná stripovaním plynom sa rozpustí v etylacetáte.

Po oddelení fáz a odparení rozpúšťadla sa neiónová povrchovo aktívna látka vyzráža vo vodnom roztoku modifikovaným Dragendorffovým činidlom ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ľadová kyselina octová}$).

Zrazenina sa odfiltruje, premyje sa ľadovou kyselinou octovou a rozpustí sa v roztoku vínanu amónneho. Bizmut v roztoku sa titruje potenciometricky roztokom pyrolidín-1-karboditioátu sodného pri pH 4 – 5 s použitím hladkej platinovej indikátorovej elektródy a kalomelovej alebo striebornej/chloridostriebornej referenčnej elektródy. Táto metóda je použiteľná pre neiónové povrchovo aktívne látky obsahujúce 6 až 30 alkylénoxidových skupín.

Výsledok titrácie sa na konverziu na referenčnú látku nonylfenol kondenzovaný s 10 mólmami etylénoxidu (NP 10) vynásobí empirickým faktorom 54.

3.2. Chemikálie a vybavenie

Na prípravu chemikálií sa používa deionizovaná voda.

3.2.1. Čistý etylacetát, čerstvo destilovaný

3.2.2. Hydrogenuhličitan sodný, NaHCO_3 p. a.

3.2.3. Zriedená kyselina chlorovodíková [20 ml koncentrovanej kyseliny chlorovodíkovej (HCl) zriedenej vodou na objem 1 000 ml]

3.2.4. Metanol p. a., čerstvo destilovaný, uskladnený v sklenej fľaši

3.2.5. Brómkrezolová červeň, 0,1 g v 100 ml metanolu

3.2.6. Zrážacie činidlo: zrážacie činidlo je zmesou dvoch objemových dielov roztoku A a jedného objemového dielu roztoku B. Zmes sa uskladní v hnedej fľaši a môže sa použiť do jedného týždňa po zmiešaní.

3.2.6.1. Roztok A

1,7 g dusičnanu bizmutitého, $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ p. a., sa rozpustí v 20 ml ľadovej kyseliny octovej a doplní sa vodou na objem 100 ml. Potom sa v 200 ml vody rozpustí 65 g jodidu draselného p. a. Tieto dva roztoky sa zmiešajú v odmernej banke s objemom 1 000 ml, pridá sa do nich 200 ml ľadovej kyseliny octovej (bod 3.2.7) a doplnia sa vodou na 1 000 ml.

3.2.6.2. Roztok B

290 g chloridu bárnateho, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p. a. sa rozpustí v 1 000 ml vody.

3.2.7. Ľadová kyselina octová 99 – 100 % (nižšie koncentrácie nie sú vhodné)

3.2.8. Roztok vínanu amónneho: 12,4 g kyseliny vínnej p. a. sa zmieša s 12,4 ml roztoku amoniaku p. a. ($\rho = 0,910 \text{ g/ml}$) a doplní sa vodou na 1 000 ml (alebo sa použije ekvivalentné množstvo vínanu amónneho p. a.).

3.2.9. Zriedený roztok amoniaku: 40 ml roztoku amoniaku p. a. ($\rho = 0,910 \text{ g/ml}$) sa zriedi vodou na objem 1 000 ml.

3.2.10. Štandardný octanový tlmivý roztok: v kadičke sa v 500 ml vody rozpustí 40 g tuhého hydroxidu sodného p. a. a nechá sa vychladnúť. Pridá sa 120 ml ľadovej kyseliny octovej (bod 3.2.7). Dôkladne sa premieša, vychladí a preleje do odmernej banky s objemom 1 000 ml. Doplní sa vodou po značku.

3.2.11. Roztok pyrolidín-1-karbooditioátu sodného: 103 mg pyrolidín-1-karbooditioátu sodného, $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, sa rozpustí v približne 500 ml vody, pridá sa 10 ml n-amyl alkoholu p. a. a 0,5 g NaHCO_3 p. a. a doplní sa vodou na objem 1 000 ml.

3.2.12. Roztok síranu meďnatého (na účely štandardizácie roztoku uvedeného v bode 3.2.11)

ZÁSOBNÝ ROZTOK

1,249 g síranu meďnatého, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, p. a., sa zmieša s 50 ml 0,5 M kyseliny sírovej a doplní sa vodou na objem 1 000 ml.

ŠTANDARDNÝ ROZTOK

50 ml zásobného roztoku sa zmieša s 10 ml 0,5 M roztoku H_2SO_4 a doplní sa vodou na objem 1 000 ml.

3.2.13. Chlorid sodný p. a.

3.2.14. Zariadenie na stripovanie plynom (pozri obrázok 5) Priemer filtračnej frity musí byť rovnaký ako vnútorný priemer valca.

3.2.15. Oddeľovací lievik, 250 ml

3.2.16. Magnetické miešadlo s magnetom s veľkosťou 25 – 30 mm

3.2.17. Goochov téglik, priemer perforovaného dna = 25 mm, typ G 4

3.2.18. Kruhový filtračný papier zo sklenených vlákien, priemer 27 mm s priemerom vlákien 0,3 – 1,5 μm .

3.2.19. Dve filtračné banky s adaptérmí a gumenými manžetami, objem 500 a 250 ml.

3.2.20. Registračný potenciometer vybavený hladkou platínovou indikačnou elektródou a kalomelovou alebo striebornou/chloridostriebornou referenčnou elektródou s rozsahom 250 mV, s automatickou byretou s objemom 20 – 25 ml alebo s alternatívnym manuálnym zariadením.

3.3. Postup

3.3.1. Koncentrácia a oddelenie povrchovo aktívnej látky

Vodná vzorka sa prefiltruje cez filtračný papier pre kvalitatívnu analýzu. Prvých 100 ml filtrátu sa vyleje.

Odmerané množstvo vzorky, ktoré obsahuje 250 – 800 g neiónovej povrchovo aktívnej látky, sa umiestni do zariadenia na stripovanie, ktoré sa predtým premyje etylacetátom.

Aby sa zlepšil oddeľovací účinok, pridá sa 100 g chloridu sodného a 5 g hydrogenuhličitanu sodného.

Ak je objem vzorky väčší než 500 ml, tieto soli sa pridajú do zariadenia na stripovanie v tuhej forme a rozpustia sa prebublávaním dusíkom alebo vzduchom.

Ak sa použije menšie množstvo vzorky, uvedené soli sa rozpustia v 400 ml vody a potom sa pridajú do zariadenia na stripovanie.

Prileje sa voda tak, aby hladina dosiahla k vrchnému uzatváraciemu kohútiku.

Na vodnú hladinu sa opatrne prileje 100 ml etylacetátu.

Premývačka sa v časti určenej pre plyn (dusík alebo vzduch) naplní do dvoch tretín etylacetátom.

Prístrojom sa nechá prebublávať plyn prietokovou rýchlosťou 30 – 60 l/h; odporúča sa použiť prietokomer. Intenzita prevzdušňovania sa musí na začiatku zvyšovať postupne. Rýchlosť prietoku plynu treba nastaviť tak, aby fázy zostali viditeľne oddelené z dôvodu minimalizácie zmiešania fáz a rozpustenia roztoku etylacetátu vo vode. Po piatich minútach sa prietok plynu zastaví.

Ak sa objem organickej fázy rozpustením vo vode zmenší o viac ako 20 %, treba postup vypudenia prchavých zložiek zopakovať a venovať osobitnú pozornosť rýchlosti prietoku plynu.

Organická fáza sa vypustí do oddeľovacieho lievika. Prípadná voda z vodnej fázy, ktorá sa usadila v oddeľovacom lieviku – malo by jej byť iba niekoľko ml – sa vráti do zariadenia na stripovanie. Fáza etylacetátu sa prefiltruje cez suchý filtračný papier pre kvalitatívnu analýzu do kadičky s objemom 250 ml.

Do zariadenia na stripovanie sa pridá ďalších 100 ml etylacetátu a znova sa ním nechá päť minút prebublávať dusík alebo vzduch. Organická fáza sa vypustí do oddeľovacieho lievika použitého pri prvom oddeľovaní, vodná fáza sa odstráni a organická fáza sa prefiltruje cez ten istý filter ako prvý diel etylacetátu. Oddeľovací lievick a filter sa premyjú približne s 20 ml etylacetátu.

Etylacetátový extrakt sa vo vodnom kúpeli (v digestore) odparí do sucha. Na urýchlenie odparovania sa na hladinu roztoku zavedie jemný prúd vzduchu.

3.3.2. *Zrážanie a filtrovanie*

Sušina získaná podľa postupu uvedeného v bode 3.3.1 sa rozpustí v 5 ml etanolu, pridá sa 40 ml vody a 0,5 ml zriedeného roztoku HCl (3.2.3) a zmes sa premieša magnetickým miešadlom.

Do tohto roztoku sa z odmerného valca pridá 30 ml zrážacieho činidla (3.2.6). Po opakovanom miešaní sa vytvorí zrazenina. Po desiatich minútach sa zmes nechá najmenej päť minút stáť.

Zmes sa prefiltruje cez Goochov téglík, ktorého dno sa pokryje filtračným papierom zo sklených vlákien. Najprv sa filter premyje za odsávania približne 2 ml ľadovej kyseliny octovej. Potom sa kadička, magnet a téglík dôkladne umyjú ľadovou kyselinou octovou, ktorej sa spotrebuje približne 40 – 50 ml. Zrazeninu, ktorá sa usadila na stenách kadičky, nie je potrebné kvantitatívne preniesť na filter, pretože roztok zrazeniny sa pre filtráciu vráti do zrážacej kadičky a zostávajúca zrazenina sa potom rozpustí.

3.3.3. *Rozpustenie zrazeniny*

Zrazenina vo filtračnom tégliku sa rozpustí v horúcom roztoku vínanu amónneho (približne 80 °C) (bod 3.2.8), ktorý sa pridáva v troch dávkach po 10 ml. Každá dávka sa pred nasatím cez filter do banky nechá niekoľko minút stáť v tégliku.

Obsah filtračnej banky sa vloží do kadičky použitej na zrážanie. Steny kadičky sa opláchnu ďalšími 20 ml roztoku vínanu, aby sa rozpustil zvyšok zrazeniny.

Téglik, adaptér a filtračná banka sa starostlivo opláchnu s 150 – 200 ml vody a táto voda sa vráti do kadičky použitej na zrážanie.

3.3.4. *Titrácia*

Roztok sa premieša magnetickým miešadlom (bod 3.2.16), pridá sa niekoľko kvapiek brómkrezolovej červene (bod 3.2.5) a pridáva sa zriedený roztok amoniaku (bod 3.2.9), až kým sa sfarbenie nezmení na fialové (roztok je spoiatku mierne kyslý prítomnosťou zvyšku kyseliny octovej použitej na oplachovanie).

Potom sa pridá 10 ml štandardného octanového tlmivého roztoku (bod 3.2.10), do roztoku sa zavedú elektródy a potenciometricky sa titruje štandardným roztokom pyrolidín-1-karbođitioátu sodného (bod 3.2.11), pričom je ústie byrety ponorené do roztoku.

Rýchlosť titrácie by nemala prekročiť 2 ml/min.

Konečný bod je priesečníkom dotyčníc k oboj vetvám potenciálovej krivky.

Niekedy sa pozoruje, že inflexia potenciálovej krivky sa sploštuje; tomu sa dá predísť dôkladným vyčistením platínovej elektródy (vyleštením brúsnym papierom).

3.3.5. *Slepý pokus*

Súbežne s celým postupom sa vykoná slepý pokus s 5 ml metanolu a 40 ml vody podľa pokynov v bode 3.3.2. Spotreba pri slepej titracii by mala byť nižšia než 1 ml, inak je podozrenie na nedostatočnú čistotu chemikálií (body 3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), predovšetkým na ich obsah ťažkých kovov, a musia sa vymeniť. Slepý pokus sa musí zohľadniť pri výpočte výsledkov.

3.3.6. *Kontrola faktora roztoku pyrolidín-1-karbođitioátu sodného*

Faktor roztoku pyrolidín-1-karbođitioátu sodného sa stanovuje v deň použitia. Na tento účel sa po pridaní 100 ml vody a 10 ml štandardného octanového tlmivého roztoku (bod 3.2.10) titruje 10 ml roztoku síranu meďnatého (bod 3.2.12) s roztokom pyrolidín-1-karbođitioátu sodného. Ak je hodnota „a“ v ml, faktor f je:

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

a všetky výsledky titrácie sa vynásobia týmto faktorom.

3.4. **Výpočet výsledkov**

Každá neiónová povrchovo aktívna látka má svoj vlastný faktor, ktorý závisí od jej zloženia, najmä od dĺžky reťazca alkénoxidu. Koncentrácia neiónovej povrchovo

aktívnej látky sa vyjadruje vo vzťahu k štandardnej látke – nonylfenolu s desiatimi jednotkami etylénoxidu (NP 10) – pre ktorú je konverzný faktor 0,054.

S použitím tohto faktora sa zistí množstvo povrchovo aktívnej látky prítomnej vo vzorke, vyjadrené v mg ekvivalentu NP 10, takto:

$$(b - c) \times f \times 0,054 = \text{mg neiónovej povrchovo aktívnej látky ako NP 10}$$

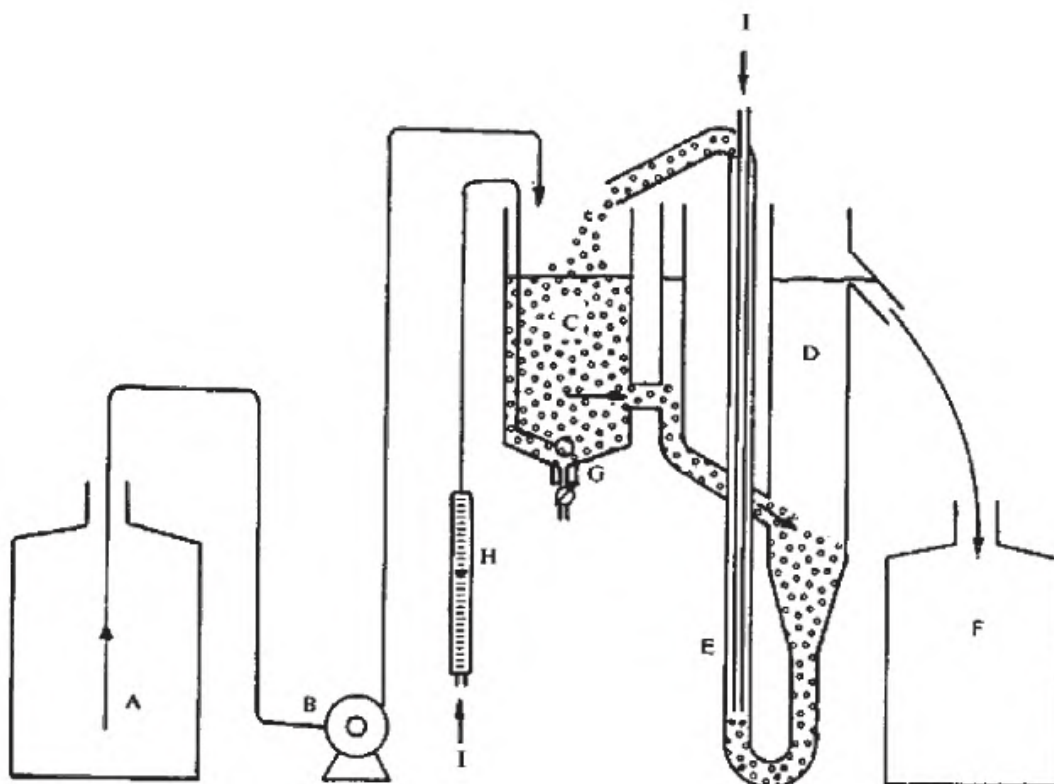
kde:

b	=	objem roztoku pyrolidín-1-karboeditioátu sodného použitého na vzorku (ml)
c	=	objem roztoku pyrolidín-1-karboeditioátu sodného použitého pri slepom pokuse (ml)
f	=	faktor roztoku pyrolidín-1-karboeditioátu sodného

3.5. Vyjadrenie výsledkov

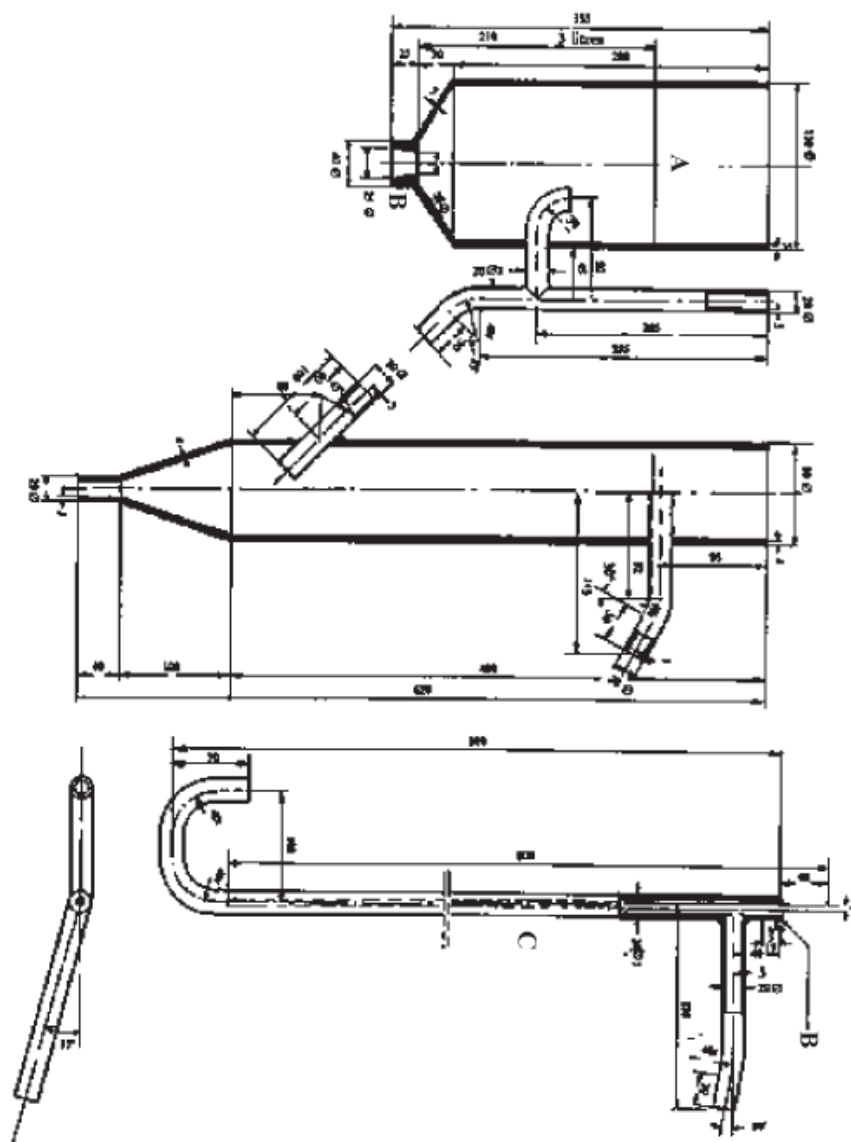
Výsledky sa vyjadrujú v mg/l ako NP 10 zaokrúhlené na jedno desatinné miesto.

Obrázok 1 Zariadenie pracujúce s aktivovaným kalom: prehľad

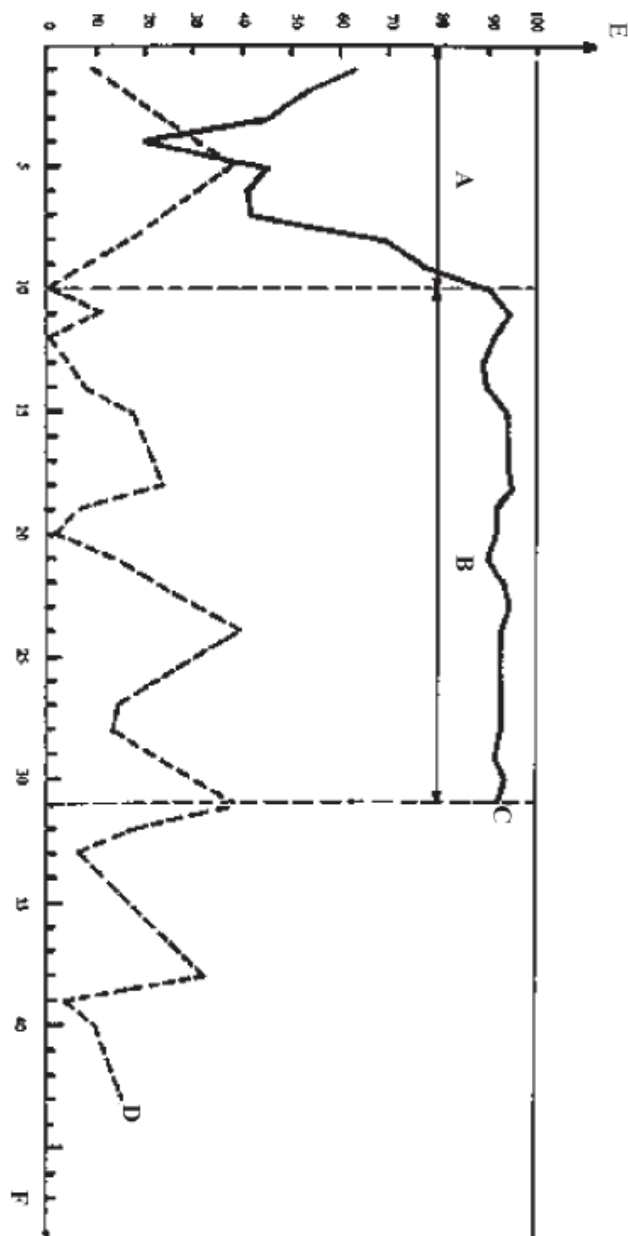


A	Zásobná nádoba
B	Dávkovacie zariadenie
C	Prevsdušňovacia nádoba (objem tri litre)
D	Sedimentačná nádoba
E	Vzduchová pumpa
F	Zberná nádoba
G	Prevzdušňovacia frita
H	Prietokomer vzduchu
I	Prívod vzduchu

Obrázok 2 Zariadenie pracujúce s aktivovaným kalom: detail (rozmery v milimetroch)



A	Hladina kvapaliny
B	Tvrdé PVC
C	Sklo alebo vodotesný plast (tvrdé PVC)



A	Doba nábehu
B	Doba použitá pre výpočet (21 dní)
C	Jednoducho biodegradovateľná povrchovo aktívna látka
D	Zložito biodegradovateľná povrchovo aktívna látka
E	Biodegradácia (%)
F	Čas (dni)

PRÍLOHA VIII
TABUĽKA ZHODY

Nariadenie (ES) č. 648/2004	Toto nariadenie
Článok 1 ods. 1	Článok 1 ods. 1
Článok 1 ods. 2	–
Článok 2 bod 1	Článok 2 bod 1
Článok 2 bod 1a	Článok 2 bod 2
Článok 2 bod 1b	Článok 2 bod 3
Článok 2 bod 2	–
Článok 2 bod 3	Článok 2 bod 6
Článok 2 bod 4	Článok 2 bod 7
Článok 2 bod 5	Článok 2 bod 8
Článok 2 bod 6	Článok 2 bod 11
Článok 2 bod 7	–
Článok 2 bod 8	Článok 2 bod 12
Článok 2 bod 9	Článok 2 bod 14
Článok 2 bod 9a	Článok 2 bod 13
Článok 2 bod 10	Článok 2 bod 15
Článok 2 bod 11	–
Článok 2 bod 12	Článok 2 bod 5
Článok 3 ods. 1	Článok 3 ods. 1 a článok 4 ods. 2
Článok 3 ods. 2	–
Článok 3 ods. 3	Článok 7 ods. 1
Článok 4 ods. 1	Článok 4 ods. 1
Článok 4 ods. 2	–
Článok 4 ods. 3	–
Článok 4a	Článok 6
Článok 5 ods. 1	–
Článok 5 ods. 2	–
Článok 5 ods. 3	–
Článok 5 ods. 4	–
Článok 5 ods. 5	–
Článok 5 ods. 6	–
Článok 6 ods. 1	–

Článok 6 ods. 2	–
Článok 6 ods. 3	–
Článok 6 ods. 4	–
Článok 7	–
Článok 8 ods. 1	–
Článok 8 ods. 2	–
Článok 8 ods. 3	–
Článok 8 ods. 4	–
Článok 9 ods. 1	Článok 8 ods. 2
Článok 9 ods. 2	–
Článok 9 ods. 3	Článok 7 ods. 6
Článok 10 ods. 1	–
Článok 10 ods. 2	Článok 22 ods. 2
Článok 11 ods. 1	Článok 1 ods. 2 písm. b)
Článok 11 ods. 2 a 3	Článok 15 ods. 3
Článok 11 ods. 4	Článok 15 ods. 4
Článok 11 ods. 5	Článok 15 ods. 5
Článok 11 ods. 6	–
Článok 12	Článok 28
Článok 13	Článok 26
Článok 13a ods. 1	Článok 27 ods. 1
Článok 13a ods. 2	Článok 27 ods. 2
Článok 13a ods. 3	Článok 27 ods. 3
Článok 13a ods. 4	Článok 27 ods. 5
Článok 13a ods. 5	Článok 27 ods. 6

Článok 14 ods. 1	Článok 3 ods. 2
Článok 14 ods. 2	–
Článok 14 ods. 3	–
Článok 14 ods. 4	–
Článok 14 ods. 5	–
Článok 15 ods. 1 prvý pododsek	Článok 24 ods. 1
Článok 15 ods. 1 druhý pododsek	Článok 24 ods. 3
Článok 15 ods. 2	Článok 25 ods. 4
Článok 16 ods. 1	–
Článok 16 ods. 2	–
Článok 17	Článok 33
Článok 18	Článok 29
Článok 19	Článok 35