

2.º La Junta de Profesores de los referidos Centros a quienes afecte esta Orden formulará propuesta, en terna alfabética, a cuyo efecto estará solamente integrada por los Catedráticos numerarios de la Escuela que ostenten el cargo en propiedad, quedando modificado, a este respecto, el artículo sexto del Reglamento de Escuelas Técnicas de Grado Medio aprobado en 7 de mayo de 1962 («Boletín Oficial del Estado» del 21).

Lo digo a V. I. para su conocimiento y demás efectos.
Dios guarde a V. I. muchos años.
Madrid, 18 de febrero de 1969.

VILLAR PALASI

Ilmo. Sr. Director general de Enseñanza Media y Profesional.

MINISTERIO DE INDUSTRIA

ORDEN de 24 de febrero de 1969 por la que se dictan normas complementarias de los Decretos 93/1968, de 18 de enero, y 3157/1968, de 26 de diciembre, sobre prohibición del uso de detergentes no biodegradables.

Ilustrísimo señor:

El artículo cuarto del Decreto 93/1968, de 18 de enero, sobre prohibición del uso de detergentes no biodegradables, faculta al Ministerio de Industria a dictar en la esfera de su competencia las normas complementarias para el desarrollo y observancia de lo dispuesto en el mismo. Por otra parte, el artículo tercero del Decreto 3157/1968, de 26 de diciembre, que modifica parcialmente el contenido de aquél, dispone que por el Ministerio de Industria, de acuerdo con los de Hacienda y de Comercio, serán definidos los procedimientos para la determinación del grado de biodegradabilidad de los productos afectados por dichos Decretos. En consecuencia, este Ministerio ha considerado procedente determinar los medios de control adecuados al cumplimiento de lo dispuesto en los mismos y, en su caso, corregir su inobservancia.

Entretanto no existe un método nacional o, en su caso, un método unificado recomendado por Organismos internacionales competentes para la determinación de la biodegradabilidad de los preparados tensioactivos aniónicos, se ha considerado conveniente adoptar como método provisional el de la Asociación americana «The Soap and Detergent Association», por estimar que de entre los diversos métodos de mayor difusión internacional es el que reúne mejores condiciones en cuanto a su duración, repetibilidad, reproductividad y viabilidad.

En su virtud, previa conformidad de los Ministerios de Hacienda y de Comercio, tengo a bien disponer lo siguiente:

Artículo 1.º 1. Para asegurar el cumplimiento de lo dispuesto en el artículo primero del Decreto 3157/1968, de 26 de diciembre, por el que se modifica el Decreto 93/1968, de 18 de enero, las Delegaciones Provinciales de este Departamento podrán inspeccionar de oficio o a instancia de parte las industrias dedicadas a la fabricación de productos orgánicos tensioactivos aniónicos del grupo de los alquil-aril sulfonatos, así como a las que se dedique a la producción, transformación o manipulación de preparaciones tensioactivas que contengan en su formación los productos tensioactivos citados.

2. En el curso de las inspecciones los representantes de la Delegación Provincial correspondiente tomarán cuantas muestras de productos tensioactivos o preparaciones tensioactivas producidos o utilizados en los procesos de fabricación estimen necesarias. Igualmente podrán tomarse muestras de los efluentes residuales de la industria sujeta a inspección.

3. Las muestras, que se tomarán por triplicado, serán debidamente envasadas y precintadas en presencia del representante de la Delegación Provincial de este Ministerio, así como de un representante debidamente calificado de la Empresa. Una de las muestras quedará en poder de la industria inspeccionada, la segunda en poder de la Delegación del Ministerio de Industria, y por último, la tercera será remitida al laboratorio que designe la Dirección General de Industrias Químicas y de

la Construcción, para efectuar los ensayos comparativos de biodegradabilidad a que hace referencia el artículo tercero del Decreto 3157/1968, de 26 de diciembre.

Art. 2.º 1. Al objeto de determinar el grado de biodegradabilidad de los productos orgánicos tensioactivos aniónicos del grupo de los alquil-aril sulfonatos, así como de los que intervengan en una preparación tensioactiva determinada, se establecerá un ensayo comparativo—siguiendo el método expuesto en el Anexo 1 de esta Orden ministerial—entre dicha porción tensioactiva aniónica y una muestra patrón constituida por alquilbencen-sulfonato LAS derivado del 1-do-decano con una biodegradabilidad mínima del 97,5 por 100.

2. Si la degradación del producto o preparación tensioactivos es igual o superior al 90 por 100 de la biodegradabilidad obtenida para el producto patrón, se considerará como suficientemente biodegradable.

3. Si el resultado del ensayo, con arreglo al método del Anexo 1, señalase que la biodegradabilidad del producto o preparación tensioactivos es inferior al 90 por 100, éstos se considerarán como no biodegradables, y sujetos, por tanto, a las restricciones contenidas en los Decretos 93/1968 y 3157/1968. No obstante, la Administración, si lo cree conveniente, podrá autorizar la realización de un nuevo ensayo de comprobación, de acuerdo con el método expuesto en el Anexo 2 de esta Orden ministerial. Si la biodegradación del producto o preparación, [siguiendo este método, es igual o superior al 90 por 100, aquéllos no se considerarán como adecuadamente biodegradables] y en caso contrario quedarán definitivamente sujetos a las restricciones contenidas en los citados Decretos.

Art. 3.º 1. De acuerdo con lo previsto en el artículo segundo del Decreto 93/1968, los ensayos de biodegradabilidad podrán efectuarse, además de en el Laboratorio Central de Aduanas, en aquellos laboratorios que, habiéndolo solicitado mediante instancia dirigida a la Dirección General de Industrias Químicas y de la Construcción, y una vez aceptada discrecionalmente la misma por dicho Centro, reúnan cada una de las siguientes condiciones:

1.º No tener ningún interés directo ni indirecto en industrias productoras, transformadoras o manipuladoras de preparaciones tensioactivas.

2.º Disponer de los medios, elementos y aparatos necesarios para la realización de los ensayos prescritos en la presente Orden ministerial.

3.º Ser una entidad dedicada totalmente o en parte a la tarea de investigación o al control de calidad.

Art. 4.º Si como resultado de los ensayos realizados sobre las muestras de productos o preparaciones tensioactivos aniónicos tomados en una industria productora, transformadora o manipuladora de los mismos, se llegase a determinar que éstos no cumplen lo prescrito en el artículo primero del Decreto 3157/1968, de 26 de diciembre, la Delegación Provincial correspondiente incoará expediente que se tramitará con arreglo al capítulo segundo del título sexto de la Ley de Procedimiento Administrativo, y que será resuelto por el Director general de Industrias Químicas y de la Construcción, quien podrá acordar la clausura de la industria; acuerdo que se entenderá sin perjuicio de la aplicación, en su caso, de las sanciones previstas en la Ley de Contrabando.

Art. 5.º 1. De acuerdo con lo previsto en el artículo tercero del Decreto 3157/1968, de 26 de diciembre, los detergentes para usos domésticos que se produzcan o se preparen a partir de 30 de junio de 1969 hasta el 30 de junio de 1970 deberán llevar un distintivo contituido por una «B» enmarcada por un hexágono regular. En el caso de que el envase sea de cartón, el distintivo se situará en la cara exterior de su tapa superior.

Las características de dicho distintivo serán las que se indican a continuación:

a) Para envases de materia plástica serigrafados, la «B» tendrá una altura de cinco milímetros y un grueso de trazo de un milímetros. La «B» estará dispuesta en negativo sobre un hexágono de 3,5 milímetros de lado.

b) Para paquetes de peso neto igual o superior a 300 gramos, la «B» tendrá una altura de 20 milímetros y un grueso de trazo de tres milímetros. La «B» será de un color que contraste con el color dominante del paquete y estará enmarcada por un hexágono coloreado de 14,5 milímetros de lado.

c) Para paquetes de peso neto inferior a 300 gramos las medidas señaladas en párrafo anterior se reducirán proporcionalmente al tamaño de los mismos.

2. Los detergentes para usos domésticos que se produzcan o preparen a partir de 30 de junio de 1970, deberán llevar en lugar bien visible de su envase la indicación «Biodegradables» en caracteres que ocupen una longitud mínima de cuarenta milímetros y una altura no inferior a tres milímetros, y debajo de la anterior indicación la leyenda: «La fabricación y utilización de detergentes no biodegradables está prohibida por la Ley».

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.

Dios guarde a V. I. muchos años.
Madrid, 24 de febrero de 1969.

LOPEZ BRAVO

Ilmo. Sr. Director general de Industrias Químicas y de la Construcción.

ANEXO 1

Método para la determinación de la biodegradabilidad de los productos y preparaciones tensioactivos aniónicos del grupo de los alquil-aril sulfonatos

1. FUNDAMENTO DEL MÉTODO.

Se inoculan microorganismos en matraces erlenmeyer, que contienen un medio microbiano de crecimiento químicamente definido, denominado medio basal, y la sustancia o sustancias que vayan a ensayarse. La aireación se efectúa por agitación continua de los matraces, a temperatura controlada, que se mantiene durante todo el ensayo. Después de un período de incubación que comprende dos trasplantes de adaptación se determina la biodegradación, midiendo la reducción de contenido de tensioactivo a lo largo del ensayo mediante una valoración colorimétrica.

1.1. Medio basal.

1.1.1. Composición:

Cloruro amónico (Cl NH ₄)	3,0	gr.
Fosfato bipotásico (PO ₄ HK ₂)	1,0	»
Sulfato magnésico cristalizado (SO ₄ Mg-7H ₂ O)	0,25	»
Cloruro potásico (Cl K)	0,25	»
Sulfato ferroso cristalizado (SO ₄ FE-7H ₂ O)	0,002	»
Extracto de levadura	0,3	»
Agua destilada o desionizada	1,0	litro.

1.1.2. Preparación:

Debe prepararse inmediatamente antes de su utilización, disolviendo los componentes sólidos, uno después del otro, en el agua.

Si se desea, se puede emplear una solución concentrada de reserva conteniendo todas las sales, pero sin el extracto de levadura, puesto que la solución conteniendo este último tiene que ser esterilizada si han de transcurrir más de ocho horas antes de su utilización.

1.2. Tensioactivo patrón.

Se utiliza alquilbencensulfonato LAS, derivado del 1-dodeceno, que puede obtenerse:

- En «The Soap and Detergent Association», 295 Madison Avenue, New York, N. Y. 10017.
- En el Laboratorio Central de Aduanas, Guzmán, el Bueno, 125, Madrid.

1.3. Cultivo de microbios.

1.3.1. Procedencia:

- Lodo activo procedente de una planta de tratamiento de aguas residuales o de otra fuente equivalente.
- Cultivo obtenido de cualquier laboratorio especializado en la materia.

1.3.2. Conservación:

Si se desea, puede conservarse el cultivo mediante trasplantes semanales en el medio basal, añadiendo 10 ml. de cultivo de siete días sobre 1.000 ml. de medio basal recién preparado, conteniendo 30 mg. de alquilbencensulfonato LAS, derivado del 1-dodeceno, en un erlenmeyer de dos litros, sometido a agitación continua y a una temperatura de 25 ± 3° C, tapado con algodón hidrófobo para disminuir la evaporación y evitar la contaminación.

1.4. Solución patrón.

Pesar con exactitud la cantidad necesaria de alquilbencensulfonato sódico LAS, derivado del 1-dodeceno, para obtener una solución acuosa conteniendo 1 mg. de producto activo por mililitro.

1.5. Solución de ensayo.

Pesar con exactitud la cantidad necesaria de problema (ya se trate de un alquil-aril sulfonato o de una preparación tensioactiva aniónica que lo contenga) para obtener una solución acuosa conteniendo 1 mg. de producto activo por ml.

1.6. Agitación.

Para agitar puede utilizarse un agitador de vaivén que efectúe unas 125 carreras por minuto, de un recorrido de 5 a 10 centímetros cada una; o bien un agitador giratorio que efectúe 225-250 revoluciones por minuto, con un movimiento excéntrico rotatorio que puede oscilar entre 2,5 y 5 cm.

Pueden utilizarse otros sistemas si se comprueba que producen una aireación equivalente.

1.7. Temperatura de ensayo.

Mantener la temperatura de todos los matraces erlenmeyer a lo largo de todo el ensayo a 25 ± 3° C.

1.8. Método operativo.

Disponer un matraz erlenmeyer de 2 litros, de medidas normalizadas, por cada muestra que vaya a ensayarse, junto con uno de control para el tensioactivo patrón y otro para el ensayo en blanco sin tensioactivo.

Verter en cada matraz erlenmeyer, incluidos el de control y el del ensayo en blanco, 1 litro de medio basal y 10 ml. de medio de cultivo.

Añadir:

a) En cada matraz erlenmeyer, correspondiente a cada muestra que vaya a ensayarse, 30 ml. de su respectiva solución de ensayo, con objeto de conseguir una concentración de 30 mg/litro de tensioactivo problema.

b) En el matraz erlenmeyer de control, 30 ml. de solución patrón para conseguir una concentración de 30 mg/litro de tensioactivo patrón.

c) En el matraz erlenmeyer correspondiente al ensayo en blanco, 30 ml. de agua que sustituyen a las soluciones de tensioactivo.

Tapar todos los matraces erlenmeyer con algodón hidrófobo para disminuir la evaporación y evitar la contaminación, procurando que la torunda de algodón no esté muy comprimida, al objeto de conseguir una aireación suficiente.

Colocar todos los matraces erlenmeyer, preparados como se acaba de describir, en la máquina agitadora para su aireación.

1.9. Período de adaptación.

Mantener todos los matraces erlenmeyer en agitación continua en la máquina agitadora, a la temperatura de ensayo, durante setenta y dos horas. Transcurrido dicho tiempo, preparar un número igual de matraces erlenmeyer de 2 litros, conteniendo 1 litro de medio basal, y añadir:

a) En el de control, 30 ml. de solución patrón y 10 ml. de solución tomada del anterior erlenmeyer de control.

b) En cada uno de los matraces de ensayo de las muestras problema, 30 ml. de su solución de ensayo y 10 ml. de solución tomada del anterior erlenmeyer de ensayo que corresponda a cada uno.

c) En el del ensayo en blanco, 30 ml. de agua y 10 ml. de solución del anterior erlenmeyer del ensayo en blanco.

Colocar de nuevo todos los matraces erlenmeyer, tapados, en la máquina agitadora y mantenerlos en agitación continua, a la temperatura de ensayo, durante otras setenta y dos horas, con lo que finaliza el período de adaptación.

1.10. Ensayo de ocho días.

Preparar un número igual de matraces erlenmeyer de 2 litros conteniendo 1 litro de medio basal y añadir las mismas cantidades y en la misma forma establecida en el apartado 1.9.

Colocar de nuevo todos los matraces erlenmeyer, tapados, en la máquina agitadora y mantenerlos en agitación continua, a la temperatura de ensayo, por un período de ocho días, durante los que sólo se detendrá la agitación para tomar muestras.

1.11. Toma de muestras.

Para seguir el curso de la biodegradación se tomarán muestras de todos los matraces erlenmeyer para su análisis.

Puesto que el resultado del análisis del ensayo en blanco se utiliza para corregir los resultados de los otros matraces erlenmeyer, deberá emplearse el mismo volumen de muestra (o factor de dilución) tanto para el ensayo en blanco como para las otras muestras.

Tomar de todos los erlenmeyer los siguientes volúmenes de muestra:

a) De 25 ml. aproximadamente:

1. Una hora después de estarse agitando la mezcla correspondiente a las primeras setenta y dos horas del periodo de adaptación.

2. Una hora después de estarse agitando la mezcla correspondiente a las segundas setenta y dos horas del periodo de adaptación.

3. El día cero, una hora después de estarse agitando la mezcla correspondiente al ensayo de ocho días.

4. El día 1 (a las veinticuatro horas de tomada la muestra del día cero).

b) De 100 ml. aproximadamente:

1. El día 7.

2. El día 8.

A menos que se analicen las muestras inmediatamente después de tomadas, deberá añadirse 1 ml. de solución de formaldehído al 35-40 por 100 por cada 100 ml. de muestra para su conservación hasta efectuar la valoración colorimétrica, manteniéndolas además en un recipiente provisto de tapa que cierre herméticamente.

1.12. Valoración colorimétrica.

1.12.1. Aparato:

Un espectrofotómetro que permita efectuar lecturas a 652 m μ , provisto de células de un espesor igual o superior a 1 cm.

1.12.2. Reactivos:

Solución de fenoltaleína al 0,5 por 100 en etanol-agua (1—1; v/v).

Hidróxido sódico, 1 N

Ácido sulfúrico, 1 N.

Cloroformo, grado reactivo

Solución de clorhidrato de azul de metileno al 0,3 por 100. Disolver 300 mg. de clorhidrato de azul de metileno en 100 ml. de agua.

Solución reactiva de azul de metileno. Verter 10 ml. de solución de clorhidrato de azul de metileno al 0,3 por 100 en un matraz aforado de 1 litro, añadir unos 500 ml. de agua destilada, 6,8 ml. de ácido sulfúrico concentrado y 50 g. de fosfato monosódico monohidratado (NaH₂PO₄H₂O). Agitar hasta disolución total y diluir a volumen.

Solución de lavado. Añadir 6,8 ml. de ácido sulfúrico concentrado sobre unos 500 ml. de agua destilada, contenidos en un matraz aforado de 1 litro, añadir 50 g. de NaH₂PO₄H₂O, agitar hasta disolución total y diluir a volumen.

1.12.3. Procedimiento:

Medir los siguientes volúmenes:

a) 10,0 ml. de cada una de las muestras indicadas en el grupo a) del apartado 1.11.

b) 100 ml. de cada una de las muestras indicadas en el grupo b) del apartado 1.11.

Llevar cada volumen medido a un embudo de separación de 250 ml. y añadir la cantidad suficiente de agua para que el volumen total sea de 100 ml. en cada embudo.

En todos los casos alcalinizar la solución del embudo con hidróxido sódico 1 N en presencia de fenoltaleína. A continuación añadir ácido sulfúrico 1 N, gota a gota, hasta desaparición del color rojo de la fenoltaleína. Añadir 25 ml. de solución reactiva de azul de metileno, 10 ml. de cloroformo y agitar suavemente durante 30 segundos. Dejar en reposo hasta la separación neta de gases. Dejar caer la capa cloroformica en un segundo embudo de separación, lavando el tubo de salida del primer separador con una pequeña porción de cloroformo. Repetir la extracción tres veces más, utilizando 10 ml. de cloroformo cada vez. Si el color azul en la fase acuosa disminuye sensiblemente o desaparece, añadir 25 ml. más de solución reactiva de azul de metileno.

Reunir todos los extractos en el segundo embudo de separación. Añadir 50 ml. de solución de lavado y agitar enérgicamente durante treinta segundos. Esperar hasta la separación neta de gases y dejar caer los extractos cloroformicos reunidos a través de un embudo conteniendo lana de vidrio, en un matraz aforado de 100 ml. Extraer la solución de lavado dos veces con 10 ml. de cloroformo cada vez. Lavar la lana de vidrio y el embudo con cloroformo. Recoger todos los lavados en el aforado, enrasar y homogeneizar. Determinar la absorbancia de la solución a 652 m μ frente a cloroformo como blanco, utilizando cubetas de un espesor igual o superior a 1 cm.

1.13. Resultados.

1.13.1. Método de cálculo:

Calcular la concentración neta de tensioactivo, restando el valor del ensayo en blanco del obtenido en la determinación de las muestras. El porcentaje de degradación se calcula mediante la reducción de concentración del tensioactivo como sigue:

$$\% \text{ degradado (día } x) = \frac{(M_0 - B_0) - (M_x - B_x)}{M_0 - B_0} \times 100$$

en donde M₀ y M_x son los análisis de las muestras, y B₀ y B_x, los análisis del cultivo en blanco en los días 0 y X.

El resultado del ensayo es la media aritmética de la degradación de los días séptimo y octavo.

1.13.2. Contrastación:

Como control del cultivo microbiano y de las condiciones del ensayo, no debe considerarse como válido si el resultado obtenido para la degradación del alquilbencensulfonato LAS, derivado del 1-dodeceno, es inferior a 97,5 por 100.

ANEXO 2

Ensayo de comprobación

2.1. Fundamento del Método.

Se utiliza lodo activo procedente de una planta de tratamiento de aguas residuales, que se introduce en un aparato de aireación, especialmente diseñado, junto con la sustancia que vaya a ensayarse y un agua residual sintética, que proporciona la energía necesaria a los microorganismos del lodo. La mezcla se airea durante veintitrés horas, se deja reposar y se separa parte del líquido sobrenadante. Se lleva a su volumen el lodo activo que queda en el recipiente, mediante la adición de agua residual sintética y de solución de tensioactivo, y se repite el ciclo. La biodegradación se determina midiendo la reducción de contenido de tensioactivo durante el ciclo diario.

2.2. Lodo activo.

Inicialmente se recoge una muestra de lodo activo procedente de una planta de depuración, dedicada principalmente al tratamiento de aguas residuales urbanas. Al empezar el ensayo se ajusta la cantidad de sólidos en suspensión a la concentración de 2.500 mg/litro mediante dilución con agua corriente, y se mantiene la suspensión de sólidos a la concentración de 2.500 \pm 500 mg/litro, por separación de las cantidades necesarias de sólidos a lo largo del ensayo.

2.3. Solución madre de agua residual sintética:

2.3.1. Composición:

Glucosa	30 gr.
Caldo nutriente DIFCO o equivalente.	20 gr.
Fosfato bipotásico (PO ₄ HK ₂)	13 gr.

2.3.2. Preparación:

Disolver las sustancias del párrafo 2.3.1 en 1 litro de agua corriente, calentando justo por debajo del punto de ebullición. Guardar en nevera, manteniendo la temperatura por debajo de 7°C. Desechar la solución si hay evidencia de aparición de crecimiento biológico.

2.4. Solución patrón.

Utilizar la preparada según el apartado 1.4.

2.5. Solución de ensayo.

Utilizar la preparada según el apartado 1.5.

2.6. Construcción del aparato de aireación (fig. 1).

Utiliza un tubo de plexiglás de 83 mm. de diámetro interior. Cerrar un fondo en forma de cono, cuyas generatrices formen un ángulo de 30° con la vertical, terminando con un casquete semiesférico de 13 mm. de diámetro.

A 36,1 mm. sobre la circunferencia de unión de la parte cónica con la cilíndrica taladrar un agujero de 26,4 mm. de diámetro, destinado al paso de un tubo para insuflación de aire, y al nivel de 500 ml perforar un agujero de drenaje, utilizable para la toma de muestras. La longitud total del aparato de aireación no debe ser inferior a 600 mm.

2.7. Aireación.

Utilizar aire comprimido, filtrado por lana de vidrio para evitar contaminaciones con un caudal de unos 500 ml/minuto, que pasa a través de un tubo capilar de 3 mm. de diámetro exterior y 2 mm. de diámetro interior, cuyo extremo debe estar situado a 7 mm. del fondo del aparato de aireación.

2.8. Temperatura de ensayo.

Mantener la temperatura de los aparatos de aireación durante todo el ensayo a $25 \pm 3^\circ$.

2.9. Método operativo.

2.9.1. Preparación del ensayo:

Disponer un aparato de aireación para cada muestra que vaya a ensayarse, junto con uno de control para el tensioactivo patrón y otro para el ensayo en blanco sin tensioactivo.

Fijar todos los aparatos de forma que se mantengan verticales durante todo el ensayo.

Introducir en cada aparato la muestra de lodo activo, 10 ml. de solución madre de agua residual sintética y la sustancia que vaya a ensayarse, ajustando la cantidad de sólidos en suspensión a 2.500 mg/litro, de forma que el volumen total de líquido sea de 1.500 ml.

Abrir el paso del aire comprimido, manteniendo el caudal del mismo a unos 500 ml/minuto y dejar los recipientes abiertos a la atmósfera, manteniendo la temperatura durante todo el ensayo a $25 \pm 3^\circ$ C.

2.9.2. Ciclo diario:

Después de un tiempo de aireación de veintitrés horas, cerrar el paso del aire comprimido, para dejar sedimentar los lodos durante treinta minutos como mínimo y una hora como máximo. Al final de dicho tiempo separar los 1.000 ml. superiores de líquido sobrenadante (efluente), utilizando el agujero de drenaje del aparato, de donde se tomarán muestras para los análisis subsiguientes, dejando 500 ml. de la mezcla de líquido y lodo sedimentado en el recipiente. A continuación reanudar la aireación y reponer el volumen separado, por adición de 1.000 ml. de solución de alimentación, manteniendo durante otras veintitrés horas el caudal de aire y la temperatura en las condiciones de ensayo anteriormente citadas.

Con objeto de evitar el depósito de sólidos y tensioactivos en las paredes del aparato, sobre el nivel del líquido conviene raspar periódicamente con una espátula diferente para cada uno de los aparatos y sobre todo, después de la alimentación, pero nunca durante las últimas ocho horas del ciclo.

Solamente en el caso de formarse excesiva espuma se añadirá una cantidad mínima de sílica tipo SAG 470 Unión Carbide o equivalente, como desespumante.

2.9.3. Determinación de los sólidos en suspensión:

Se debe efectuar cada tres-cuatro días, previo raspado de las paredes del aparato, a las dos-tres horas de la alimentación. Tomar la muestra antes de pasados treinta minutos del raspado, filtrar por filtro tarado de poro fino, desecar a 45° C hasta peso constante y pesar. Cuando sea necesario, separar la cantidad suficiente de mezcla líquida de agua y lodo para mantener la cantidad de sólidos en suspensión entre 2.000 mg. y 3.000 mg./litro.

2.10. Duración del ensayo.

El ciclo diario se repite a lo largo del ensayo de comprobación durante un tiempo mínimo de quince días, en los que se pueden diferenciar tres etapas:

- Periodo de alimentación inicial.
- Periodo de adaptación.
- Periodo de operación normal.

2.10.1. Periodo de alimentación inicial:

Este periodo, que sólo es necesario cuando el lodo no está adaptado al tensioactivo, debe ajustarse al siguiente programa de incremento de alimentación:

Día 0: 4 mg. de tensioactivo/litro de solución de alimentación.

Día 1: 8 idem id.

Día 2: 12 idem id.

Día 3: 16 idem id.

Día 4 hasta el final del ensayo: 20 idem id.

Cuando el lodo está adaptado, se empieza por 20 mg. de tensioactivo/litro de solución de alimentación.

2.10.2. Periodo de adaptación:

A continuación del periodo de alimentación inicial, cuya duración es de cinco días, se necesitan tres días adicionales para asegurar la completa adaptación a la alimentación de 20 mg/litro, que constituyen el periodo de adaptación.

2.10.3. Periodo de operación normal:

En este periodo la alimentación sigue siendo de 20 mg/litro, y se define como un periodo de siete días, en el que se debe verificar lo siguiente:

- a) La diferencia de porcentaje de degradación entre dos días consecutivos no debe ser mayor del 5 por 100.
- b) La diferencia de porcentaje de degradación media entre los tres primeros y los tres últimos días no debe ser mayor del 3 por 100.

2.11. Solución de alimentación.

Se obtiene mezclando 10 ml. de la solución madre de agua residual sintética con un volumen determinado de solución tensioactiva y completando hasta 1.000 ml. con agua.

Como tanto la solución patrón como cada solución de ensayo tienen una concentración de su respectivo tensioactivo de 1 mg/ml., el número de mililitros de solución tensioactiva necesario para preparar su correspondiente solución de alimentación será, por tanto, igual al número de miligramos establecido en el apartado 2.10.1.

2.12. Toma de muestras.

Para seguir el curso de la biodegradación se tomarán muestras de:

A) De las soluciones de alimentación de cada muestra que vaya a ensayarse, así como de la de control y de la del ensayo en blanco se tomarán como mínimo cinco muestras en días consecutivos o alternos, excluidos los días correspondientes al periodo de alimentación inicial. Normalmente, una del último día del periodo de adaptación y cuatro del periodo de operación normal.

B) Diariamente, de los efluentes (véase apartado 2.9.2) sin filtrar de cada muestra que vaya a ensayarse, así como de la de control y de la del ensayo en blanco.

Puesto que el resultado del análisis del ensayo en blanco se utiliza para corregir los resultados de las demás determinaciones, deberá emplearse el mismo volumen de muestra (o factor de dilución), tanto para el ensayo en blanco como para las otras muestras.

Tomar los siguientes volúmenes de muestra:

a) Soluciones de alimentación:

25 ml. aproximadamente.

b) Efluentes:

110 ml. aproximadamente.

A menos que se analicen las muestras inmediatamente después de tomadas deberá añadirse 1 ml. de solución de formaldehído al 35-40 por 100 por cada 100 ml. de muestra, para su conservación, hasta efectuar la valoración colorimétrica, manteniéndolas, además, en un recipiente provisto de tapa que cierre herméticamente.

2.13. Valoración colorimétrica.

Seguir el método descrito en el apartado 1.12 del anexo 1, con la única variación de que los volúmenes que deben medirse, de acuerdo con el párrafo 1.12.3, serán los que se indican a continuación:

a) 10 ml. de cada una de las muestras indicadas en el grupo a) del apartado 2.12.

b) 100 ml. de cada una de las muestras indicadas en el grupo b) del apartado 2.12.

2.14. Resultado.

2.14.1. Método de cálculo:

Calcular diariamente el porcentaje de degradación, empezando por el cuarto día en que se añadió 20 mg/litro de tensioactivo.

$$\% \text{ degradación (día } x) = \frac{M_a - M_e}{M_a} \times 100$$

en donde M_a es la media aritmética de cinco análisis del tensioactivo en la alimentación o carga, corregidos por sustracción del ensayo en blanco de la alimentación, y M_e es el análisis

del efluente del día x corregido por sustracción del blanco del efluente.

El resultado del ensayo es la media aritmética de la degradación de los siete días de marcha, definidos como de operación normal (apartado 2.10.3).

2.14.2. Contrastación:

No es válido el ensayo de un tensioactivo si no se han alcanzado las condiciones de operación normal.

Como control del lodo activo y de las condiciones del ensayo, no debe considerarse como válido, si el resultado obtenido para la degradación del alquilbencensulfonato LAS, derivado del 1-dodeceno, es inferior a 97,5 por 100.

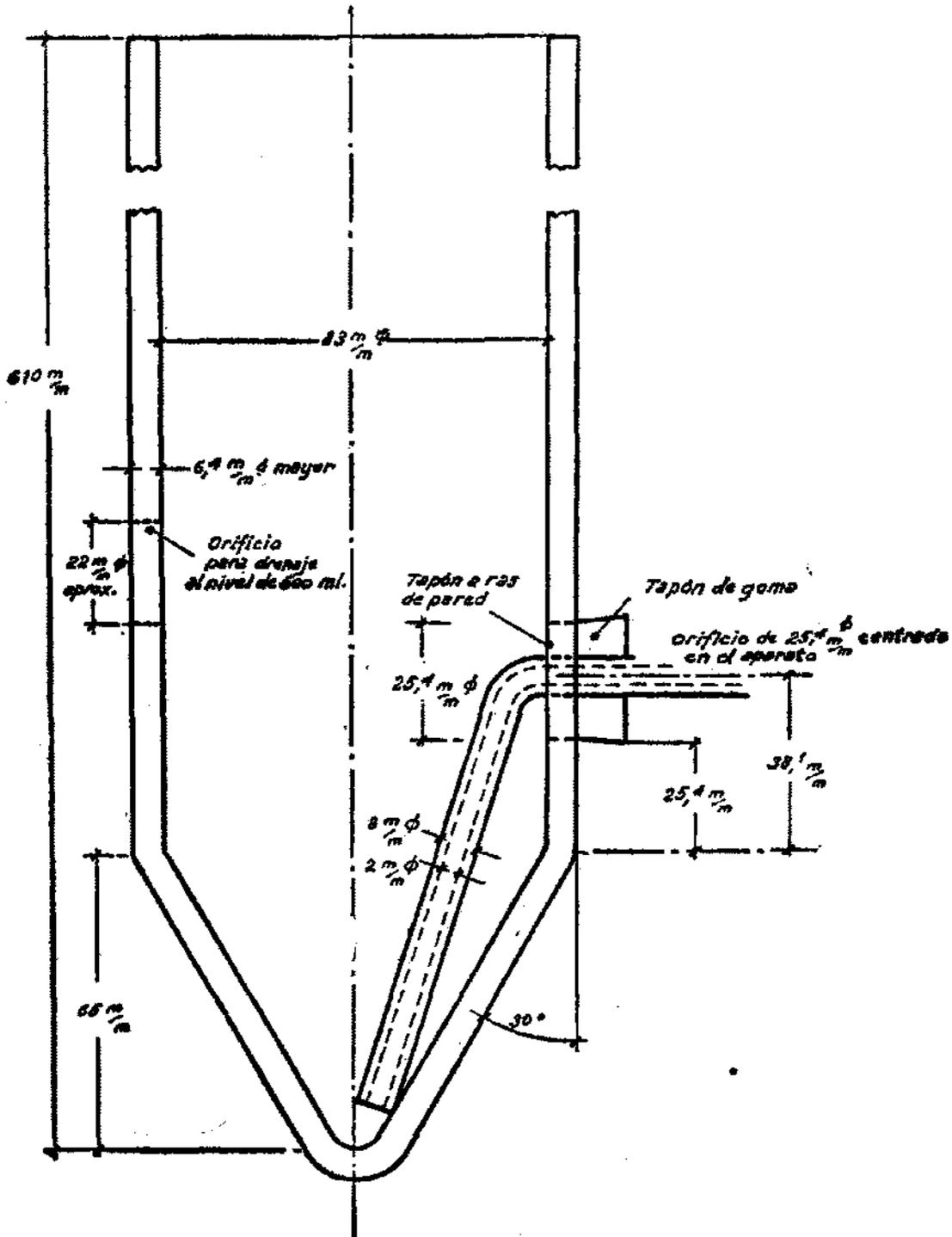


FIG. 1. APARATO DE AIREACIÓN