

التعليمات الفنية الإلزامية 65-2016

مواد التنظيف

(2016\5\18)

مادة (1)

الأهداف والمجال

- (1) تضع هذه التعليمات قواعد لتحقيق حرية تسويق مواد التنظيف والمواد الفعالة سطحياً المستخدمة فيها مع ضمان درجة عالية من حماية صحة الانسان والبيئة.
- (2) لتحقيق الهدف المذكور في الفقرة (1) من هذه المادة، تضع هذه التعليمات القواعد التالية لطرح مواد التنظيف والمواد الفعالة سطحياً المستخدمة فيها في السوق:
 - قابلية التحلل الحيوي (البيولوجي) للمواد الفعالة سطحياً في مواد التنظيف والقيود أو المحظورات عليها على أساس هذه القابلية.
 - البيان الإضافي لمواد التنظيف وتشمل المواد العطرية المسببة للحساسية.
 - المعلومات التي يجب أن يحتفظ بها الصانع تحت تصرف الجهات المختصة والطواقم الطبية.
- (3) تصدر هذه التعليمات بموجب مادة (16) من قانون المواصفات والمقاييس رقم (6) لسنة (2000).

مادة (2)

التعريفات

تسري التعريفات التالية لأغراض هذه التعليمات:

- (1) مادة التنظيف: أي مادة كيميائية أو خليط يحتوي على صابون و/أو مواد أخرى فعالة سطحياً معدة لعمليات الغسيل والتنظيف، ويمكن أن تكون بأي شكل (سائل، مسحوق، معجون، قضيب، كعكة، قطعة مقولبة، الخ) وتسوق أو تستخدم لأغراض منزلية أو مؤسساتية أو صناعية. وتعتبر المنتجات الأخرى التالية مواد تنظيف:
 - "منتجات مساعدة للغسيل" المعدة لنقع (قبل الغسل) أو شطف أو تبييض الملابس والأقمشة المنزلية... الخ.
 - "مُطري الأقمشة" المعد لتعديل ملمس الأقمشة خلال عمليات استكمال غسلها.

- المنظف العام : هو خليط تنظيف معد لاستخدامه في عمليات التنظيف المنزلية ذات الوظائف المتعددة و/أو عمليات التنظيف الأخرى للسطوح مثل: المواد، المنتجات، الآلات، الأجهزة الميكانيكية، وسائل النقل والمعدات المرتبطة بها، الآلات الموسيقية، الأجهزة... الخ.
- "خلائط التنظيف والغسيل الأخرى" المعدة لأي عمليات غسيل وتنظيف أخرى.
- (2) مادة تنظيف الغسيل الاستهلاكية: مادة لتنظيف الملابس طُرحت في السوق لتستخدم من قبل المستهلكين بما فيها محلات الغسيل العامة.
- (3) مادة التنظيف لآلات الجلي المنزلية: مادة تنظيف طُرحت في السوق لتستخدم في آلات الجلي المنزلية من قبل المستهلكين.
- (4) الغسل: تنظيف الغسيل والاقمشة والصحون والسطوح الصلبة الأخرى.
- (5) التنظيف: العملية التي يتم فيها إزالة ترسبات غير مرغوب بها عن المادة الأساس أو منها وتحولها إلى محلول أو تشتيتها.
- (6) المادة الكيميائية: العناصر الكيميائية ومركباتها الطبيعية أو المصنعة، وتشمل أي مضافات ضرورية لحفظ استقرارها وأي شوائب نتجت عن العملية التصنيعية، ولكنها لا تشمل أي مذيب يمكن فصله دون أن يؤثر في استقرارها أو يُغيّر من تركيبها.
- (7) الخليط: خليط أو محلول يتكون من مادتين كيميائيتين أو أكثر.
- (8) مادة فعالة سطحياً: أي مادة كيميائية عضوية (و/أو خليط عضوي) مستخدمة في مواد التنظيف ولها خصائص نشاط سطحي وتتألف من مجموعة أو أكثر من المجموعات المحبة للماء، ومجموعة أو أكثر من المجموعات غير المحبة للماء، ذات طبيعة وحجم يمكنها (المادة) من تخفيض التوتر السطحي للماء، ومن تكوين طبقات أحادية ممتدة أو ادمصاصية في الطبقة الفاصلة بين الهواء والماء، ومن تكوين مستحلبات و/أو مستحلبات دقيقة و/أو جزيئات غروية، ومن حدوث عملية الادمصاص (adsorption) (أي تراكم وتلاصق جزيئات بسطح مادة صلبة) على الطبقة الفاصلة بين الماء والمادة الصلبة.
- (9) التحلل الحيوي (البيولوجي) الأولي: تغير بنائي (تحول) لمادة فعالة سطحياً بواسطة كائنات حية دقيقة يؤدي إلى فقدانها لخصائص نشاطها السطحي نتيجة لتحلل المادة الكيميائية الأم حيوياً. ويقاس فقدانها لخاصية النشاط السطحي بطرق الفحص المدرجة في ملحق (2).
- (10) التحلل الحيوي (البيولوجي) الهوائي الكلي: درجة التحلل الحيوي (البيولوجي) المنجزة عند استهلاك مادة فعالة سطحياً من قبل كائنات دقيقة بشكل كلي بوجود الأكسجين مما يؤدي إلى تحللها إلى مكونات خلوية ميكروبية جديدة (كتلة حيوية) وثاني أكسيد الكربون وماء وأملاح معدنية لأي عناصر أخرى موجودة (التمعدن) كما تُقاس بطرق الفحص المدرجة في ملحق (3).
- (11) الطرح في السوق: أول توفير للمنتج في السوق. ويعتبر الاستيراد نوع من أنواع الطرح في السوق.

- (12) التوفير في السوق: أي عملية توريد للسوق بهدف التوزيع أو الاستهلاك أو الاستخدام في إطار نشاط تجاري إما نظير ثمن أو بشكل مجاني.
- (13) الصانع: شخصية عادية أو اعتبارية مسؤولة عن طرح مادة تنظيف أو مادة فعالة سطحياً في السوق، ويشمل على وجه الخصوص المنتج أو المُستورد أو مُعبيء يعمل لحسابه الخاص أو أي شخصية تغير من خصائص مادة التنظيف أو المادة الفعالة سطحياً، أو تُعد أو تغير بيانها. إلا أن الموزع الذي لا يغير من خصائصها أو بيانها أو تعبئتها لا يعتبر صانعاً إلا إذا كان مستورداً.
- (14) الطاقم الطبي: أي ممارس مسجل لمهنة طبية أو الشخص الذي يعمل تحت إشرافه ويعمل على توفير الرعاية للمريض أو يُجري تشخيصاً أو يقدم علاجاً ويلتزم بالسرية المهنية.
- (15) مادة التنظيف الصناعية والمؤسسية: مادة التنظيف المستخدمة للغسل والتنظيف خارج النطاق المنزلي ويتم استخدامها من قبل طاقم مختص يستخدم منتجات محددة.
- (16) المحتويات: أي مادة كيميائية صناعية أو طبيعية موجودة في مواد التنظيف بشكل مقصود.
- (17) مواد الإبادة الحيوية: أي مادة أو خليط تتألف من أو تتكون من أو تولد مادة أو أكثر من المواد النشطة بهدف القضاء بأي وسيلة غير فيزيائية وغير ميكانيكية على كائنات ضارة أو إعاقتها أو جعلها غير ضارة أو منع نشاطها أو التأثير عليها لضبطها. كما تشمل أي مادة أو خليط تولدت من مواد أو خلطات غير تلك المذكورة سابقاً وتستخدم لنفس السبب.
- (18) الجهة المختصة: الجهة أو الجهات التي يحددها مجلس الوزراء لتنفيذ أحكام هذه التعليمات بموجب المادة (23) من قانون المواصفات والمقاييس والقوانين السارية الأخرى ذات الصلة.

مادة (3)

الطرح في السوق

- (1) عند طرح مواد التنظيف والمواد الفعالة سطحياً المذكورة في مادة (1) من هذه التعليمات في السوق، فيجب أن تلبى الشروط والخصائص والحدود الواردة في هذه التعليمات وملاحقها، وعند اللزوم، أن تلبى أيضاً الشروط الخاصة بمواد الإبادة الحيوية (Biocides) وبأي تشريعات أخرى ذات صلة. تستثنى المواد الفعالة سطحياً والمستخدمة كمواد كيميائية مطهرة ضمن مفهوم مواد الإبادة الحيوية من متطلبات ملاحق (2) و(3) و(4) و(8) من هذه التعليمات إذا اعتبرت مادة فعالة أو مكون لمادة فعالة في مواد الإبادة الحيوية. وبدلاً من ذلك، تعتبر المواد الفعالة سطحياً مواداً مطهرة، وتخضع مواد التنظيف التي تحتوي عليها لأحكام البيان الخاصة بالمواد المطهرة الواردة في الفقرة (أ) من ملحق (7).
- (2) يجب على صانع مواد التنظيف و/أو المواد الفعالة سطحياً التسجيل لدى الجهة المختصة وتزويدها بالوثائق المطلوبة لذلك.

(3) يجب أن يكون صانع مواد التنظيف و/أو المواد الفعالة سطحياً مسؤولاً عن استيفاء اشتراطات هذه التعليمات وملاحقتها.

مادة (4)

قيود مبنية على قابلية التحلل الحيوي (البيولوجي) للمواد الفعالة سطحياً

- (1) بموجب هذه التعليمات، يسمح بطرح المواد الفعالة سطحياً ومواد التنظيف التي تحتوي على هذه المواد في السوق شريطة تلبيتها لمعايير التحلل الحيوي (البيولوجي) الهوائي الكلي الواردة في ملحق (3) ودون قيود إضافية تتعلق بقابلية التحلل الحيوي (البيولوجي).
- (2) إذا كانت مواد التنظيف تحتوي على مواد فعالة سطحياً ذات مستوى تحلل حيوي (بيولوجي) هوائي كلي أقل من المذكور في ملحق (3)، فإنه يمكن لصانع مواد التنظيف الصناعية أو المؤسساتية و/أو صانع المواد الفعالة سطحياً أن يطلب الاستثناء. تُقدم طلبات الاستثناء ويُتخذ القرار بشأنها وفقاً للمواد (5) و(6) و(8).
- (3) يجب قياس مستوى قابلية التحلل الحيوي (البيولوجي) الأولي لجميع المواد الفعالة سطحياً والتي لم تجتاز اختبارات التحلل الحيوي (البيولوجي) الهوائي الكلي. ويجب عدم منح الاستثناء للمواد الفعالة سطحياً التي يكون مستوى قابليتها للتحلل الحيوي (البيولوجي) الأولي أقل من المذكور في ملحق (2).

مادة (5)

منح الاستثناء

- (1) يجب على الصانع تقديم طلب الاستثناء إلى الجهة المختصة، وتوفير أدلة تتعلق بالمعايير المذكورة في الفقرة (1) من مادة (6).
- (2) يجب أن يشمل الطلب على ملف فني يقدم جميع المعلومات والمبررات الضرورية لتقييم نواحي السلامة المتعلقة بالاستخدام المحدد للمواد الفعالة سطحياً والتي فشلت في مطابقة حدود قابلية التحلل الحيوي (البيولوجي) الكلي كما هو مبين في ملحق (3).
- بالإضافة إلى نتائج الفحوصات المذكورة في ملحق (3)، يجب أن يشمل الملف الفني على معلومات ونتائج الفحوصات المبيّنة في ملحق (2) و(4). يجب إجراء هذه الفحوصات في مختبرات معتمدة فقط.

يجب أن تُنفذ الفحوصات المنصوص عليها في فقرة (4) من ملحق (4) وفق النهج المتدرج⁽¹⁾ (Tiered approach).

(3) تقوم الجهة المختصة بدراسة الطلب وتقييم مدى استيفائه لاشتراطات الاستثناء وإبلاغ الجهة المقدمة له بالنتائج في غضون ستة شهور من استلامه. ويمكن للجهة المختصة تمديد هذه المدة في حال طلبها لمعلومات إضافية لإجراء التقييم. وإذا تم البحث عن معلومات إضافية حول نواتج الاستقلاب، فإنه يجب استخدام استراتيجيات الفحص المتدرج لضمان أعلى استخدام لطرق الفحص المخبرية التي يتم إجراؤها في بيئة اصطناعية وأخرى ليست على الحيوانات.

(4) يمكن لمثل هذه الاستثناءات أن تسمح أو تحدد أو تقيد بشدة طرح المواد الفعالة سطحياً في السوق واستخدامها كمحتويات لمواد التنظيف بناء على نتائج عملية تقييم المخاطر التكميلية كما هي مبينة في ملحق (4). كما يمكن أن تشمل الاستثناءات على فترة زمنية تحددها الجهة المختصة للتخلص التدريجي من طرح المواد الفعالة سطحياً في السوق واستخدامها كمحتويات لمواد التنظيف. على الجهة المختصة إدراج الاستثناءات الممنوحة والشروط المتعلقة بها أو قيود استخدامها في القائمة الواردة في ملحق (5). ويمكن للجهة المختصة أن تعيد النظر في الاستثناء في حال ظهور معلومات تبرر ذلك.

مادة (6)

شروط منح الاستثناء

- (1) عندما ترى الجهة المختصة منح الاستثناء، فيجب أن تقوم بذلك وفقاً للمعايير التالية:
- الاستخدام في تطبيقات قليلة الانتشار بدلاً من تطبيقات واسعة الانتشار.
 - الاستخدام في التطبيقات الصناعية و المؤسساتية فقط.
 - أن تكون المخاطر البيئية والصحية الذي يشكله حجم الكميات المباعة صغيراً بالمقارنة مع الفوائد الاجتماعية والاقتصادية بما في ذلك سلامة الأغذية ومعايير النظافة.
- (2) طالما لم تقرر الجهة المختصة بشأن طلب الاستثناء، يمكن أن يستمر طرح المادة الفعالة سطحياً في السوق واستخدامها شريطة أن يُظهر الصانع أن المادة الفعالة سطحياً كانت مستخدمة فعلاً في السوق عند بدء سريان هذه التعليمات وأن تقديم طلب الاستثناء كان في غضون سنتين من ذلك.
- (3) إذا رفضت الجهة المختصة منح الاستثناء، فإنها يجب أن تقوم بذلك في غضون 12 شهراً من إجراء التقييم المذكور في الفقرة (3) من مادة (5). يمكن للجهة المختصة أن تضع فترة انتقالية يتم

(1) وفق التوصية الأوروبية 23/XII/2005 الخاصة بالدليل الإرشادي الفني للنهج المتدرج.

خلالها التخلص التدريجي من استخدام وطرح المادة الفعالة سطحياً في السوق. يجب أن لا تتجاوز هذه الفترة الانتقالية سنتين من تاريخ قرار الجهة المختصة.

(4) تدرج الجهة المختصة قائمة بالمواد الفعالة سطحياً التي تم تحديدها على أنها لا تمتثل لهذه التعليمات في ملحق (6).

مادة (7)

فحوصات المواد الفعالة سطحياً

يجب إجراء الفحوصات الواردة في المواد (3) و(4) وفي ملاحق (2) و(3) و(4) و(8) وفقاً للمواصفات المذكورة في فقرة (1) من ملحق (1). ولهذا الغرض، فإنه يجب تطبيق مواصفة ISO/IEC 17025 أو مبادئ الممارسة المخبرية الجيدة باستثناء تلك الفحوصات التي اعتُبرت فيها مبادئ الممارسة المخبرية الجيدة إلزامية.

مادة (8)

المعلومات التي يجب توفيرها لدى الصانع

(1) يجب أن يحتفظ الصانع الذي يقوم بطرح المواد الكيميائية و/أو المخاليط التي تغطيها هذه التعليمات في السوق بالمعلومات التالية بالإضافة إلى أي معلومات أخرى تطلبها الجهة المختصة لفترة تحددها الجهة المختصة وتحت تصرفها:

- معلومات عن نتيجة أو نتائج الفحوصات المذكورة في ملحق (3).
- للمواد الفعالة سطحياً التي فشلت في اجتياز الفحوصات المذكورة في ملحق (3) والتي تم تقديم طلب استثناء بشأنها كما هو مُشار إليه في مادة (5):

(1) ملف فني لنتائج الفحوصات المذكورة في ملحق (2).

(2) ملف فني لنتائج الفحوصات والمعلومات المذكورة في ملحق (4).

(2) عند طرح المواد الكيميائية و/أو المخاليط التي تغطيها هذه التعليمات في السوق ، فإن المسؤولية عن التنفيذ الصحيح للفحوصات ذات الصلة المذكورة في فقرة (1) من هذه المادة تقع على عاتق الصانع. كما يجب أن يتوفر لدى الصانع وثائق تخص الفحوصات التي أُجريت لإثبات المطابقة مع هذه التعليمات ولإظهار أنه قد سُمح له بالاستفادة من حقوق الملكية المتعلقة بنتائج الفحوصات غير تلك النتائج المتوفرة للعمامة.

(3) يجب على الصانع الذي يقوم بطرح المخاليط الخاضعة لهذه التعليمات في السوق أن يقوم، بتوفير ورقة بيانات السلامة (Material safety datasheet) بالإضافة إلى ورقة بيانات المحتويات كالمنصوص عليها في الفقرة (ت) من ملحق (7) لأي من الطواقم الطبية عند طلبها ودون تأخير أو

مقابل. كما ويجب على الطواقم الطبية أن تحافظ على سرية المعلومات الواردة في ورقة البيانات واستخدامها لأغراض طبية فقط.

مادة (9)

الإجراءات الرقابية

- (1) يجب على الجهة المختصة أن تطبق جميع الإجراءات الرقابية الضرورية على مواد التنظيف المطروحة في السوق والتي تضمن مطابقة المنتج لاشتراطات هذه التعليمات. يجب أن تكون الطريقة المرجعية لذلك هي طرق الفحص والتحليل المشار إليها في ملحق (8). يجب أن لا تُلزم هذه الإجراءات الرقابية الصانع على تكرار فحوصات أجريت سابقا من قبل مختبرات مُعتمدة، أو على دفع تكاليف أي فحص مكرر أو إضافي لمواد تنظيف أو مواد فعالة سطحياً شريطة أنها قد خضعت لفحص أولي أظهر مطابقتها لهذه التعليمات.
- (2) في الحالات التي يتولد فيها شك في النتيجة الايجابية لفحص ما قد تم اجراؤه وفقاً للطرق المدرجة في ملحق (2) أو (3) أو (4) أو (8)، فيجب عندئذٍ على الجهة المختصة ان تقوم بالتحقق من النتيجة واتخاذ الإجراءات الضرورية لذلك.

مادة (10)

البيان

- (1) يجب أن لا تخل اشتراطات هذه المادة بأي اشتراطات متعلقة بتصنيف وتعبئة وبيان المواد الكيميائية والمخاليط الخطرة وفق التشريعات السارية محليا.
- (2) يجب أن تظهر المعلومات التالية على عبوة مادة التنظيف من أجل البيع للمستهلك بشكل واضح ومرئي وأحرف لا تُمحي:
- (أ) اسم المنتج واسمه التجاري.
- (ب) الاسم أو الاسم التجاري أو العلامة التجارية والعنوان الكامل ورقم الهاتف للجهة المسؤولة عن طرح المنتج في السوق.
- (ت) العنوان وعنوان البريد الإلكتروني إن وُجد ورقم الهاتف الذي من خلاله يمكن الحصول على ورقة بيانات المحتويات المشار إليها في فقرة (3) من مادة (8).
- يجب أن تظهر نفس المعلومات على الوثائق المرافقة لمواد التنظيف المنقولة ككميات سائبة⁽²⁾.

(2) سائب (Bulk): كمية ذات حجم كبير.

- (3) يجب أن تُظهر المعلومات على عبوة مواد التنظيف المكونات وفقاً للمحددات المنصوص عليها في الفقرة (أ) من ملحق (7). كما يجب أن تُظهر أيضاً تعليمات الاستخدام والتحذيرات الخاصة إن لزم الأمر.
- (4) بالإضافة إلى ذلك، يجب أن تحمل عبوات مواد التنظيف لآلات الغسيل وآلات الجلي المنزلية المعدة لاستخدام المستهلكين، المعلومات الواردة في الفقرة (ب) من ملحق (7).
- (5) يجب أن يكون البيان باللغة العربية، ولا مانع من اضافة لغة اخرى.

مادة (11)

إجراءات حرية التداول

يجب أن لا تقوم الجهة المختصة بمنع أو تحديد أو إعاقه طرح مواد التنظيف و/أو المواد الفعالة سطحيا في السوق - إذا كانت تلبي متطلبات هذه التعليمات - بالاستناد الى أسس تم التعامل معها في هذه التعليمات.

مادة (12)

تدابير طارئة

إذا توفر لدى الجهة المختصة اسس راسخة بأن مادة تنظيف محددة تشكل مخاطر على سلامة أو صحة الإنسان أو الحيوان أو على البيئة بالرغم من استيفائها لمتطلبات هذه التعليمات، فيحق للجهة عندئذٍ أن تتخذ كافة الاجراءات المناسبة والمتناسبة مع طبيعة تلك المخاطر للتأكد من أنها لم تعد كذلك أو أن يتم سحبها من السوق خلال فترة معقولة أو تقييد توافرها فيه بطرق أخرى.

مادة (13)

السريان

تدخل هذه التعليمات حيز التنفيذ بعد مرور ستة شهور من تاريخ إصدارها.

مادة (14)

إزالة التعارض

يُلغى كل ما يتعارض مع نصوص هذه التعليمات.

مادة (15)

تفسير النصوص

في حال ظهور أي خلاف في تفسير أحد نصوص هذه التعليمات، فإنه يجب اعتماد التفسير الصادر عن لجنة التعليمات الفنية الإلزامية.

ملحق (1)

مواصفات الاعتماد والممارسة المخبرية الجيدة وحماية الحيوان المتعلقة بالمختبرات المختصة والمخولة بتقديم الخدمة الضرورية لفحص مطابقة مواد التنظيف لمتطلبات هذه التعليمات وملاحقها

- 1- المواصفات السارية على المختبرات:
- المواصفة العالمية ISO/IEC 17025 المتطلبات العامة لكفاءة مختبرات الفحص و المعايرة.
 - التعليمات الأوروبية 10 لسنة 2004 الخاصة بتطبيق مبادئ الممارسة المخبرية الجيدة والتحقق من تطبيقها على الفحوصات للمواد الكيميائية.
 - التعليمات الأوروبية 609 لسنة 1986 الخاصة بحماية الحيوانات المستخدمة لأغراض تجريبية وعلمية أخرى.
- 2- المواصفات السارية على هيئات الاعتماد والسلطات المكلفة بمراقبة الممارسة المخبرية الجيدة:
- المواصفة الأوروبية EN 45003 الخاصة بنظام اعتماد مختبرات الفحص والمعايرة، المتطلبات العامة للتشغيل والاعتراف.
 - التعليمات الأوروبية 9 لسنة 2004 الخاصة بعمليات التفتيش على الممارسة المخبرية الجيدة والتحقق منها.

ملحق (2)

طرق فحص قابلية التحلل الأولي للمواد الفعالة سطحياً في مواد التنظيف

تُقاس قابلية التحلل الأولي من خلال تحديد المستوى المتبقي من المواد الفعالة سطحياً الأصلية في السوائل الكحولية (Liquors) المتحللة حيويًا. يبدأ هذا الملحق بقائمة لطرق الفحص المشتركة لجميع فئات المواد الفعالة سطحياً ثم قوائم طرق الفحص التحليلية المقابلة لكل فئة من تلك الفئات تحت البنود (أ) إلى (ث). يجب أن لا يقل معيار اجتياز قابلية التحلل الأولي عن 80% كما تم قياسه وفقاً لطرق الفحص أدناه. تستند الطريقة المرجعية للفحص المخبري للمواد الفعالة سطحياً في هذه التعليمات إلى إجراء الاختبار التأكيدي الصادر عن منظمة التعاون الاقتصادي والتنمية OECD والموصوف في فقرة (1) من ملحق (8). يمكن إحداث تعديلات على إجراء الفحص التأكيدي شريطة مطابقتها للمواصفة العالمية ISO 11733 الخاصة بجودة المياه - تحديد زوال المركبات العضوية وقابلية تحللها الحيوي في وسط مائي - فحص محاكي الحمأة المنشطة.

طرق الفحص

- أ- الطرق التحليلية للمواد الأنيونية⁽³⁾ الفعالة سطحياً:
- يجب أن يتم تحديد المواد الأنيونية الفعالة سطحياً باستخدام التحليل بمادة أزرق المثيلين الكيميائية الفعالة (MBAS) وفقاً للمعايير الموضحة في فقرة (2) من ملحق (8). يجب تطبيق طرق تحليل محددة ومناسبة مثل طريقة HPLC⁽⁴⁾ أو طريقة GC⁽⁵⁾ في حال أن هذه المواد الفعالة سطحياً لا تتفاعل مع مادة أزرق المثيلين الفعالة أو إذا كان استخدام هذه الطرق أكثر ملائمة لأسباب تتعلق بالكفاءة والدقة. يجب على الصانع أن يزود الجهات المختصة عند الطلب بعينات نقية من المادة المعنية.
- ب- الطرق التحليلية للمواد الفعالة سطحياً غير الأيونية
- يجب أن يتم تحديد المواد الفعالة سطحياً غير الأيونية باستخدام التحليل بمادة البزموت الكيميائية الفعالة وفقاً لطريقة التحليل الموضحة في فقرة (3) من ملحق (8). يجب تطبيق طرق تحليل محددة ومناسبة مثل طريقة HPLC أو طريقة GC، في حال أن المواد الفعالة سطحياً لا تتفاعل مع مادة البزموت أو إذا كان استخدام هذه الطرق أكثر ملائمة لأسباب تتعلق بالكفاءة والدقة. يجب على الصانع أن يزود الجهات المختصة عند الطلب بعينات نقية من المادة المعنية.

(3) الأنيونية: سالبة الشحنة ايونياً.

(4) High performance liquid chromatography

(5) Gas chromatography

ت- الطرق التحليلية للمواد الكاتيونية⁽⁶⁾ الفعالة سطحياً

يجب أن يتم تحديد المواد الفعالة سطحياً الكاتيونية باستخدام التحليل بمادة أزرق ثنائي الكبريت الكيميائية الفعالة. يجب تطبيق طرق تحليل محددة ومناسبة مثل طريقة HPLC أو طريقة GC، في حال أن هذه المواد لا تتفاعل مع مادة ثنائي الكبريت أو إذا كان استخدام هذه الطرق أكثر ملائمة لأسباب تتعلق بالكفاءة والدقة. يجب أن يزود الصانع الجهات المختصة حسب الطلب بعينات نقية من المادة المعنية.

ث- الطرق التحليلية للمواد الأمفوتيرية⁽⁷⁾ الفعالة سطحياً

يجب أن يتم تحديد المواد الأمفوتيرية الفعالة سطحياً في الفحوصات باستخدام طرق التحليل التالية:
(1) في غياب الكاتيونات:

الطريقة المستخدمة هي المواصفة الألمانية DIN 38 409-Teil 20

(2) في خلاف ذلك:

Orange II method (Boiteux, 1984).

يجب تطبيق طرق تحليل محددة ومناسبة مثل طريقة HPLC أو طريقة GC. في حال أن المواد الأمفوتيرية الفعالة سطحياً لا تتفاعل مع الفحوصات المذكورة أعلاه أو إذا كانت أكثر ملائمة لأسباب تتعلق بالكفاءة والدقة. يجب على الصانع أن يزود الجهات المختصة عند الطلب بعينات نقية من المادة المعنية.

(6) الكاتيونية: موجبة الشحنة ايونيا.

(7) الأمفوتيرية: متذبذبة الشحنة.

ملحق (3)

طرق فحص قابلية التحلل الحيوي الكلي (التمعدن⁽⁸⁾) للمواد الفعالة سطحياً في مواد التنظيف

أ- تستند الطريقة المرجعية للفحص المخبري لقابلية التحلل الحيوي الكلي للمواد الفعالة سطحياً في هذه التعليمات إلى المواصفة العالمية ISO 14593 الخاصة بجودة المياه - تقييم التحلل الحيوي الهوائي الكلي لمركبات عضوية في وسط مائي - طريقة تحليل الكربون غير العضوي في أوعية مختومة (CO₂ headspace test).

يجب اعتبار المواد الفعالة سطحياً قابلة للتحلل الحيوي إذا كانت درجة قابلية التحلل (التمعدن) المقاسة وفقاً لأحد من الاختبارات التالية⁽⁹⁾ هي على الأقل 60% خلال 28 يوماً:

لا يجوز استخدام التكيف المسبق أو تطبيق مبدأ نافذة العشرة أيام في جميع هذه الاختبارات.

أ-1 المواصفة العالمية (طريقة مرجعية) ISO 14593

أ-2 طريقة الفحص "CO₂ EVOLUTION TEST" الواردة في القسم الرابع من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

أ-3 طريقة الفحص "CLOSED BOTTLE TEST" الواردة في القسم السادس من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

أ-4 طريقة الفحص "MANOMETRIC RESPIROMETRY TEST" الواردة في القسم الخامس من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

أ-5 طريقة الفحص "M.I.T.I. TEST" الواردة في القسم السابع من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

أ-6 المواصفة العالمية:

ISO 10708:1997 — Water quality — Evaluation in an aqueous medium of the ultimate aerobic biodegradability of organic compounds — Determination of biochemical oxygen demand in a two-phase closed bottle test.

ب- اعتماداً على الخصائص الفيزيائية للمادة الفعالة سطحياً، يمكن استخدام إحدى الطرق المدرجة أدناه إذا كانت مبررة بشكل مناسب، علماً أن معيار الاجتياز لـ 70% على الأقل في هذه الطرق يعادل معيار الاجتياز لـ 60% على الأقل في الطرق الواردة في الفقرة (أ). يجب أن تتقرر كفاءة اختيار الطرق المدرجة أدناه على أساس تأكيد كل حالة على جدى وفقاً للمادة (5) من هذه التعليمات.

(8) Mineralisation

(9) هذه الاختبارات معروفة بأنها الأكثر ملائمة للمواد الفعالة سطحياً.

ب-1 طريقة الفحص "DOC DIE-AWAY TEST" الواردة في القسم الثاني من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008. يجب أن يكون معيار اجتياز قابلية التحلل التي تقاس وفقاً للاختبار على الأقل 70% خلال 28 يوماً.

ب-2 طريقة الفحص "MODIFIED OECD SCREENING TEST" الواردة في القسم الثالث من الجزء C.4 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008. يجب أن يكون معيار اجتياز قابلية التحلل التي تقاس وفقاً للاختبار على الأقل 70% خلال 28 يوماً.

ملحق (4)

التقييم التكميلي لمخاطر المواد الفعالة سطحياً في مواد التنظيف

في حال توفر تقييم للمخاطر البيئية لمواد فعالة سطحياً، فيجب أخذه في الاعتبار سوية مع التقييم التكميلي المنفذ ضمن مجال هذه التعليمات.

في حال كان من المرجح انتاج نواتج استقلاب غير مألوفة (Recalcitrant metabolites)، فيجب الأخذ في الاعتبار التقييم التكميلي المنفذ ضمن مجال هذه التعليمات ضمن مضمون عمليات تقييم المخاطر البيئية المنفذة. يجب تقييم كل حالة على حدى وبشكل خاص بالاستناد الى نتائج الفحوصات المذكورة في فقرة (3) من هذا الملحق.

يجب أن تغطي الدراسة الجزء المائي من البيئة (البيئي المائي). يمكن للجهة المختصة طلب معلومات إضافية تتعلق بمخاوف محددة نتيجةً لعملية تقييم مخاطر على أساس كل حالة على حدى. يمكن لمعلومات إضافية أن تشمل على أجزاء بيئية أخرى مثل حمأة المياه العادمة والتربة. ويجب اتباع مبدأ النهج المتدرج فيما يتعلق بالمعلومات المطلوبة للملف الفني المذكورة في المواد (5) و(8). يجب أن يحتوي هذا الملف على المعلومات المذكورة تالياً في النقاط (1) و(2) و(3) على الأقل.

ولكن من أجل تقليل عمليات الفحص وخصوصاً لتجنب الفحوصات غير الضرورية على الحيوانات، يجب طلب الدراسات الإضافية المدرجة تحت فقرة (4-2-2) من هذا الملحق فقط إذا كانت المعلومات ضرورية ومنتاسبة، وفي حال وجود خلاف يتعلق بمدى المعلومات الإضافية المطلوبة، فيمكن للجهة المختصة اتخاذ قرار بذلك.

1- تعريف بالمادة الفعالة سطحياً

1-1 الاسم

1-1-1 الأسماء في تسميات IUPAC⁽¹⁰⁾

2-1-1 أسماء أخرى متعارف عليها.

3-1-1 رقم CAS واسم CAS (إن وُجد)⁽¹¹⁾.

4-1-1 أرقام EINECS⁽¹²⁾ أو ELINCS⁽¹³⁾ (إن وجدت)

2-1 الصيغة الجزيئية والبنائية

3-1 تركيب المادة الفعالة سطحياً

(10) الاتحاد الدولي للكيمياء النقية والتطبيقية. International Union For Pure And Applied Chemistry.

(11) Chemical Abstracts Service.

(12) European Inventory of Existing Commercial Substances

(13) European List of Notified Chemical Substances

-2

معلومات حول المادة الفعالة سطحياً

1-2 كميات المادة الفعالة سطحياً المستخدمة في مواد التنظيف.

2-2 يجب أن تكون المعلومات المعطاة في هذه الفقرة (2) حول طرق الاستخدام كافية للسماح

باجراء تقدير تقريبي ولكن واقعي لوظيفة المادة الفعالة سطحياً وتعرضها البيئي والمرتبط

باستخدامها في مواد التنظيف. يجب أن تشمل المعلومات المذكورة على التالي:

- أهمية هدف الاستخدام (المرئود الاجتماعي)

- شروط الاستخدام (احتمالات الانبعاث (release scenario)

- حجم الاستخدام

- توفر وملاءمة البدائل (الأداء والاعتبارات الاقتصادية)

- تقييم المعلومات البيئية ذات الصلة

-3

معلومات عن نواتج الاستقلاب غير المألوفة المحتملة

يجب توفير معلومات حول سمية المحاليل المستخدمة في الاختبار. وإذا لم تتوفر بيانات حول هوية

المنتقي، فيمكن طلب المعلومات المذكورة في فقرة (1-2-4) من هذا الملحق حسب المخاطر

المحتملة للمادة الفعالة سطحياً وأهميتها وكميتها. في حالات تناقض هذه المعلومات، يمكن للجهة

المختصة اتخاذ قرار بهذا الخصوص.

-4

دراسات إضافية

1-4 اختبارات قابلية التحلل

1-1-4 المصل المهيأ مسبقاً (inoculum):

يمكن القيام بأي من الاختبارات الموصوفة في ملحق (3) بالمصل المهيأ مسبقاً

من أجل توفير الدليل على علاقة التهيئة المسبقة بالمادة الفعالة سطحياً.

2-1-4 فحوصات قابلية التحلل الحيوي المتأصلة (Inherent Biodegradability Tests)

يجب أن تشمل على أحد الفحوصات الواردة أدناه على الأقل:

- طريقة الفحص "Biodegradation -- Modified SCAS test" الواردة

في الجزء C.12 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

- طريقة الفحص "Biodegradation -- Zahn-Wellens test" الواردة

في الجزء C.9 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

يشير الفشل في اجتياز فحص قابلية التحلل الحيوي المتأصلة إلى إمكانية ثبات

المادة (مقاومة التحلل) والذي يمكن اعتباره بشكل عام كاف لمنع طرح مثل هذه

المادة الفعالة سطحياً في السوق، باستثناء الحالات التي تشير فيها المعايير

المذكورة في مادة (6) إلى عدم وجود مبرر لرفض الاستثناء.

3-1-4 فحوصات قابلية التحلل الحيوي المحاكية للحمأة المنشّطة (Activated Sludge)
(Simulation Biodegradability)

يجب أن تشتمل على أحد الفحوصات الواردة أدناه:

- طريقة الفحص "Biodegradation – Activated sludge simulation tests" الواردة في الجزء C.10 من ملحق التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

يشير الفشل في اجتياز فحص قابلية التحلل الحيوي المحاكية للحمأة المنشّطة إلى إمكانية إطلاق نواتج استقلاب من خلال معالجة مياه الصرف الصحي والذي يمكن اعتباره بشكل عام كدليل على الحاجة إلى تقييم أكثر شمولاً للمخاطر.

2-4 فحص سمية المحاليل المستخدمة في قابلية التحلل الحيوي:

يجب توفير معلومات حول سمية محاليل الفحص والخاصة بما يلي:

1-2-4 معلومات كيميائية وفيزيائية، مثل:

- هوية نواتج الاستقلاب وطرق التحليل التي استخدمت للحصول على هذه الهوية.
- الخواص الفيزيائية والكيميائية الأساسية (الذوبان في الماء، معامل تجزئة الأوكتانول والماء) (Log Po/w)الخ.

2-2-4 التأثيرات على الكائنات الحية. يجب إجراء الاختبارات وفقاً لمبادئ الممارسة المخبرية الجيدة.

- الاسماك: طريقة الفحص "Acute toxicity for fish" الواردة في الجزء C.1 من التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.
- البراغيث المائية: طريقة الفحص "Daphnia SP. Acute immobilization test" الواردة في الجزء C.2 من التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.
- الطحالب: طريقة الفحص "Freshwater algae and cyanobacteria, growth inhibition test" الواردة في الجزء C.3 من التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.
- البكتيريا: طريقة الفحص "Biodegradation – Activated sludge respiration inhibition" الواردة في الجزء C.11 من التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

3-2-4 التحلل:

- الحيوي: طريقة الفحص "Degradation – Biochemical oxygen demand" الواردة في الجزء C.5 من التعليمات الأوروبية 440 لسنة 2008.

• اللاحويي: طريقة الفحص Degradation – Abiotic degradation: “Hydrolysis as a function of pH” الواردة في الجزء C.7 من التعليمات الاوروبية 440 لسنة 2008.

علاوة على ذلك، إذا كان هناك شك بأن بعض نواتج الاستقلاب تقوم بالإخلال بنشاط الغدد الصماء، فيوصى بتحديد امكانية أن تتسبب هذه النواتج بتأثيرات عكسية عند توفر مخططات الفحص المؤكد صحتها لتقييم مثل هذه التأثيرات.

ملحق (5)

قائمة المواد الفعالة سطحياً التي حصلت على الاستثناء

عن طريق الاستثناء الممنوح وفقاً للمواد من (4) إلى (6)، فإن المواد التالية الفعالة سطحياً والتي اجتازت الفحوصات المنصوص عليها في ملحق (2) ولكن رسبت في الفحوصات المنصوص عليها في ملحق (3) يمكن طرحها في السوق واستخدامها تحت القيود المذكورة أدناه.

القيود	رقم CAS	الاسم حسب تسمية IUPAC
يمكن استخدامها في التطبيقات الصناعية التالية: - غسيل العبوات - التنظيف الذاتي (CIP) - تنظيف المعادن	147993-59-7	Alcohols, Guerbet, C16-20, ethoxylated, n-butyl ether (7-8EO)

ملحق (6)

قائمة المواد الفعالة سطحياً الممنوعة أو المقيدة

ملحق (7)

البيان وورقة بيانات المحتويات

أ- بيان المكونات

تسري الاشتراطات التالية الخاصة بالبيان على عبوات مواد التنظيف المباعة لعامة الناس.

يجب استخدام مجالات النسب الوزنية التالية:

- أقل من 5%

- 5% حتى أقل من 15%

- 15% أو حتى أقل من 30%

- 30% فأكثر

للإشارة إلى المحتوى من المكونات المدرجة أدناه في حال تمت إضافتها بتركيز أعلى من 0.2%
(بالوزن):

- الفوسفات (Phosphates)

- الفوسفونات (Phosphonates)

- المواد الفعالة سطحياً الأنيونية (Anionic surfactants)

- المواد الفعالة سطحياً الكاتيونية (Cationic surfactants)

- المواد الفعالة سطحياً الأمفوتيرية (Amphoteric surfactants)

- المواد الفعالة سطحياً غير الأيونية (Non-ionic surfactants)

- عناصر تبييض أساسها الأكسجين (Oxygen-based bleaching agents)

- عناصر تبييض أساسها الكلور (Chlorine-based bleaching agents)

- EDTA (ethylene diamine tetra acitic acid) وأملاحها

- NTA (nitrilotriacetic acid) وأملاحها

- الفينول والفينول المهلجن (Phenols and halogenated phenols)

- بارا ثنائي كلوروبنزين (Paradichlorobenzene)

- الهيدروكربونات العطرية (Aromatic hydrocarbons)

- الهيدروكربونات الأليفاتية (Aliphatic hydrocarbons)

- الهيدروكربونات المهلجنة (Halogenated hydrocarbons)

- الصابون (Soap)

- الزيولايت (Zeolites)

- متعددات الكربوكسيلات (Polycarboxylates)

يجب أن تدرج أصناف المكونات التالية (إذا تم إضافتها) بغض النظر عن تركيزها:

- الأنزيمات (Enzymes)
 - المواد المطهرة (Disinfectants)
 - المسطعات البصرية (Optical brighteners)
 - العطور (Perfumes)
 - المواد الحافظة باستخدام تسميتها الشائعة قدر الإمكان.
- إذا تم إضافة العطور المسببة للحساسية بتركيز أعلى من 0.01% نسبة وزنية، فيجب ادراجها على أن يتم استخدام تسمياتها المعتمدة من الجهة المختصة.
- يجب أن يوضع على العبوة عنوان الموقع الإلكتروني الذي يمكن الحصول منه على قائمة المحتويات المنصوص عليها في الفقرة (ث) من ملحق (7).
- ليس من الضروري الالتزام بالمتطلبات المذكورة أعلاه بالنسبة لمواد التنظيف المعدة للاستخدام في القطاع الصناعي والمؤسساتي وغير المتاحة لعامة الناس، إذا تم توفير المعلومات المكافئة عن طريق ورقة البيانات الفنية أو ورقة بيانات السلامة أو بطريقة مشابهة مناسبة.
- ب- البيان الخاص بمعلومات الجرعة
- كما هو منصوص عليه في فقرة (4) من مادة (10)، تسري الاشتراطات التالية على بيان عبوات مواد التنظيف المباعة لعامة الناس.
- مواد التنظيف لآلات الغسيل المنزلية:
- يجب أن تحمل عبوات مواد التنظيف المباعة لعامة الناس المعدة لاستخدامها كمواد تنظيف في الآلات الغسيل المعلومات التالية:
- الكميات الموصى بها و/أو إرشادات الجرعة ويُعبر عنها بمليلتر أو غرام المناسبة لسعة آلة غسيل قياسية ولمستويات عسر الماء (الين ومتوسط وشديد)، وإرشادات لدورة واحدة أو اثنتين من عمليات الغسيل.
 - لمواد التنظيف قوية الفاعلية، عدد الأحمال القياسية لماكينة الغسيل لأقمشة متسخة بشكل عادي، ولمواد تنظيف الأقمشة الناعمة، عدد الأحمال القياسية لماكينة الغسيل لأقمشة متسخة بشكل طفيف والتي يمكن غسلها بمحتويات العبوة مستخدماً مياه ذات عسر متوسط تعادل 2.5 ملي مول من كربونات الكالسيوم لكل لتر.
 - إذا توفر في العبوة كأس للقياس، فيجب الإشارة إلى سعته بالمليلترات أو الغرامات وتوفير العلامات عليه التي تشير إلى جرعة مادة التنظيف المناسبة للحمل القياسي لآلة الغسيل ولمستويات عسر الماء المختلفة.

تكون الاحمال القياسية لآلات الغسيل هي 4.5 كغم من الاقمشة الجافة بالنسبة لمواد التنظيف قوية الفاعلية⁽¹⁴⁾ و2.5 كغم من الاقمشة الجافة بالنسبة لمواد التنظيف خفيفة الفاعلية. يجب اعتبار أي مادة تنظيف قوية الفاعلية إلا إذا كانت تصريحات الصانع تدعو بشكل عام الى العناية بالاقمشة مثل الغسيل على درجة حرارة منخفضة أو الانسجة الرقيقة أو الالوان.

مواد التنظيف لآلات الجلي المنزلية

يجب أن تحمل عبوات مواد التنظيف المباعة لعامة الناس والمعدة لاستخدامها كمواد تنظيف لآلات الجلي المنزلية المعلومات التالية:

- الجرعات القياسية معبر عنها بالغمات أو المليلترات أو بعدد الأقراص لدورة غسيل رئيسية لأدوات مائدة متسخة بشكل عادي في آلة جلي ذات حمل كامل بإثني عشر مكانا لوضع الادوات مع وجود ارشادات حيثما أمكن لمستويات عسر الماء المختلفة.

ت- ورقة بيانات المحتويات

يجب تطبيق الاشرطاطات التالية على قائمة المحتويات في ورقة البيانات المنصوص عليها في فقرة (3) من مادة (8).

يجب أن يُدرج في ورقة البيانات اسم مادة التنظيف واسم الصانع. يجب أن يتم إدراج المحتويات حسب وزنها المتوفر وبشكل تنازلي، ويجب ان تقسم قائمة المحتويات ضمن مجالات النسب الوزنية التالية:

- 10% أو أكثر

- 1% أو أكثر لكن أقل من 10%

- 0.1% أو أكثر لكن أقل من 1%

- أقل من 0.1%

لا تعتبر الشوائب من المحتويات.

ولاغراض هذا الملحق، يجب اعتبار أي عطر أو زيت أساسي أو مادة ملونة كمحتوى مستقل دون ادراج أي من المواد الكيميائية التي يحتويها باستثناء تلك المواد العطرية المسببة للحساسية اذا زاد تركيزها في مادة التنظيف عن الحد المذكور في الفقرة (أ) من هذا الملحق.

يجب إعطاء كل محتوى الاسم الكيميائي الشائع أو اسم IUPAC ورقم CAS واسم INCI⁽¹⁵⁾ واسم دستور الأدوية الأوروبية إن وجد.

ث- نشر قائمة المحتويات

يجب أن يقوم الصانع بتوفير ورقة بيانات المحتويات على موقع الكتروني كما هو مذكور أعلاه باستثناء ما يلي:

(14) تهتم مواد التنظيف قوية الفاعلية بازالة الأوساخ والبقع في المقام الأول.

(15) International Nomenclature Cosmetic Ingredient

- المعلومات الخاصة بمجالات النسب الوزنية.
- يجب استخدام كلمة "عطر" للدلالة على عطر معين واستخدام كلمة "ملون" للدلالة على مادة ملونة. يجب اعتبار أي عطر أو زيت أساسي أو مادة ملونة كمحتوى مستقل دون ادراج أي من المواد الكيميائية التي يحتويها باستثناء تلك المواد العطرية المسببة للحساسية.
- يجب أن لا تخضع عملية الوصول إلى الموقع الإلكتروني لأي قيد أو شرط ويجب أن تكون محتويات الموقع محدثة.
- لا يسري هذا المتطلب على مواد التنظيف الصناعية أو المؤسساتية أو على المواد الفعالة سطحياً لمواد التنظيف الصناعية أو المؤسساتية والتي يتوفر لها ورقة بيانات فنية أو ورقة بيانات سلامة.

ملحق (8)

طرق الفحص والتحليل

1- Reference method (confirmatory test)

1-1 Definition

This method describes a laboratory model of the activated sludge + secondary settler which is designed to simulate municipal sewage treatment. The conditions described are those from the Directives that preceded this Regulation. Improved state-of-the-art operating conditions can be applied to this test method as described in EN ISO 11733.

1-2 Equipment needed for measurement

The method of measurement employs the small-activated sludge plant shown in Figure 1, and in greater detail in Figure 2. The equipment consists of a sewage vessel A for synthetic sewage, dosing pump B, aeration vessel C, settling vessel D, air-lift pump E to recycle the activated sludge, and vessel F for collecting the treated effluent.

Vessels A and F must be of glass or suitable plastic and hold at least twenty-four litres. Pump B must provide a constant flow of synthetic sewage to the aeration vessel; this vessel, during normal operation, contains three litres of mixed liquor. A sintered aeration cube G is suspended in the vessel C at the apex of the cone. The quantity of air blown through the aerator shall be monitored by means of a flow meter H.

1-3 Synthetic sewage

A synthetic sewage is employed for the test. Dissolve in each litre of tap water:

- 160 mg peptone;
- 110 mg meat extract;
- 30 mg urea, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$;
- 7 mg sodium chloride, NaCl ;
- 4 mg calcium chloride, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
- 2 mg magnesium sulphate, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- 28 mg of di-potassium hydrogen phosphate, K_2HPO_4 ;
- and 10 ± 1 mg of the surfactant.

The synthetic sewage is freshly prepared daily.

1-4 Preparation of samples

Uncompounded surfactants are examined in the original state. Active content of surfactant samples must be determined in order to prepare the synthetic sewage (1.3).

1-5 Operation of equipment

Initially, fill aeration vessel C and settling vessel D with synthetic sewage. The height of the vessel D should be so fixed that the volume contained in the aeration vessel C is three litres. Inoculation is made by introducing 3 ml of a secondary effluent of good quality, freshly collected from a treatment plant dealing with a predominantly domestic sewage. The effluent must be kept under aerobic conditions in the period between sampling and application. Then set the aerator G, air-lift E and dosing device B in operation. The synthetic sewage must pass through the aeration vessel C at a rate of one litre per hour; this gives a mean retention time of three hours.

The rate of aeration should be so regulated that the contents of vessel C are kept constantly in suspension and the dissolved oxygen content is at least 2 mg/l. Foaming must be prevented by appropriate means. Anti-foaming agents that inhibit the activated sludge or contain surfactants must not be used. The air-lift pump E must be set so that the activated sludge from the settling vessel is continually and regularly recycled to aeration vessel C. Sludge which has accumulated around the top of the aeration vessel C, in the base of the settling vessel D, or in the circulation circuit must be returned to the circulation at least once each day by brushing or some other appropriate means. When the sludge fails to settle, its settleability may be increased by the addition of 2 ml portions of a 5 % solution of ferric chloride, repeated as necessary.

The effluent from the settling vessel D is accumulated in vessel F for twenty-four hours, following which a sample is taken after thorough mixing. Vessel F must then be carefully cleaned.

1-6 Checking measuring equipment

The surfactant content (in mg/l) of the synthetic sewage is determined immediately before use. The surfactant content (in mg/l) of the effluent collected over twenty four hours in vessel F should be determined analytically by the same method, immediately after collection: otherwise the samples must be preserved, preferably by freezing. The concentrations must be determined to the nearest 0,1 mg/l surfactant.

As a check on the efficiency of the process, the chemical oxygen demand (COD) or the dissolved organic carbon (DOC) of the glass fibre filtered effluent accumulated

in vessel F and of the filtered synthetic sewage in vessel A is measured at least twice per week.

The reduction in COD or DOC should level off when a roughly regular daily surfactant degradation is obtained at the end of the running-in period shown in Figure 3.

The content of dry matter in the activated sludge contained in the aeration vessel should be determined twice a week in g/l. If it is more than 2,5 g/l, the excess activated sludge must be discarded.

The degradation test is performed at room temperature; this should be steady and kept between 19–24 ° C.

1-7 Calculation of biodegradability

The percentage degradation of surfactant must be calculated every day on the basis of the surfactant content in mg/l of the synthetic sewage and of the corresponding effluent accumulated in vessel F.

The degradability values thus obtained should be presented graphically as in Figure 3.

The degradability of the surfactant should be calculated as the arithmetic mean of the values obtained over the twenty-one days that follow the running-in and acclimatisation period, during which degradation has been regular and the operation of the plant trouble-free. In any event the duration of the running-in period should not exceed six weeks.

The daily degradation values are calculated to the nearest 0,1 % but the final result is given to the nearest whole number.

In some cases it may be permissible to reduce the frequency of sampling but at least fourteen results collected over the twenty-one days which follow the running-in period should be used in calculating the average.

2- **Determination of anionic surfactants in biodegradability tests**

2-1 *Principle*

The method is based on the fact that the cationic dye methylene blue forms blue salts with anionic surfactants (MBAS), which can be extracted with chloroform. To eliminate interference, the extraction is first effected from alkaline solution and the extract is then shaken with acidic methylene blue solution. The absorbency of the separated organic phase is measured photometrically at the wavelength of maximum absorption of 650 nm.

2-2 Reagents and equipment

2-2-1 Buffer solution pH 10

Dissolve 24 g sodium bicarbonate, NaHCO_3 AR, and 27 g anhydrous sodium carbonate (Na_2CO_3) AR in deionised water and dilute to 1000 ml.

2-2-2 Neutral methylene blue solution

Dissolve 0,35 g methylene blue AR in deionised water and dilute to 1000 ml. Prepare the solution at least twenty-four hours before use.

The absorbency of the blank chloroform phase, measured against chloroform must not exceed 0,015 per 1 cm of layer thickness at 650 nm.

2-2-3 Acidic methylene blue solution

Dissolve 0,35 g methylene blue AR in 500 ml deionised water and mix with 6,5 ml H_2SO_4 ($d = 1,84$ g/ml). Dilute to 1000 ml with deionised water.

Prepare the solution at least twenty-four hours before use. The absorbency of the blank chloroform phase, measured against chloroform must not exceed 0,015 per 1 cm of layer thickness at 650 nm.

2-2-4 Chloroform (trichloromethane) AR freshly distilled

2-2-5 Dodecyl benzene sulphonic acid methyl ester

2-2-6 Ethanolic potassium hydroxide solution, KOH 0,1 M

2-2-7 Ethanol pure, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

2-2-8 sulphuric acid, H_2SO_4 0,5 M

2-2-9 Phenolphthalein solution

Dissolve 1 g phenolphthalein in 50 ml ethanol and add 50 ml deionised water while stirring continuously. Filter off any precipitate obtained.

2-2-10 Methanolic hydrochloric acid: 250 ml hydrochloric acid AR and 750 ml methanol

2-2-11 Separating funnel, 250 ml

2-2-12 Graduated flask, 50 ml

2-2-13 Graduated flask, 500 ml

2-2-14 Graduated flask, 1 000 ml

2-2-15 Round-bottomed flask with ground glass stopper and reflux condenser, 250 ml; boiling granules

2-2-16 pH meter

2-2-17 Photometer for measurements at 650 nm, with 1 to 5 cm cells

2-2-18 Qualitative grade filter paper

2-3 Procedure

The samples for analysis must not be taken through a layer of foam.

After thorough cleaning with water, the equipment used for the analysis must be thoroughly rinsed with methanolic hydrochloric acid (2-2-10) and then with deionised water before using.

Filter the activated sludge plant influent and effluent to be examined immediately on sampling. Discard the first 100 ml of the filtrates. Place a measured volume of the sample, neutralised if necessary, into a 250 ml separating funnel (2-2-11). The volume of sample should contain between 20 and 150 g of MBAS. At the lower MBAS content, up to 100 ml of sample may be used. When using less than 100 ml, dilute to 100 ml with deionised water. Add to the sample 10 ml of buffer solution (2-2-1), 5 ml of neutral methylene blue solution (2-2-2) and 15 ml of chloroform (2-2-4). Shake the mixture uniformly and not too vigorously for one minute. After phase separation, run the chloroform layer into a second separating funnel, containing 110 ml of deionised water and 5 ml of acidic methylene blue solution (2-2-3). Shake the mixture for one minute. Pass the chloroform layer through a cotton-wool filter previously cleaned and wetted with chloroform into a graduated flask (2-2-12).

Extract the alkaline and acid solutions three times, using 10 ml of chloroform for the second and third extractions. Filter the combined chloroform extracts through the same cotton wool filter and dilute to the mark in the 50 ml flask (2-2-12) with chloroform used for rewashing the cotton wool. Measure the absorbency of the chloroform solution with a photometer at 650 nm in 1 to 5 cm cells against chloroform.

Run a blank determination through the whole procedure.

2-4 Calibration curve

Prepare a calibration solution from the standard substance dodecylbenzene sulphonic acid methyl ester (tetrapropylene type mol. wt. 340) after saponification into the potassium salt. The MBAS is calculated as sodium dodecyl benzene sulphonate (mol. wt. 348).

From a weighing pipette, weigh 400 to 450 mg of dodecyl-benzenesulphonic-acid-methyl-ester (2-2-5) to the nearest 0,1 mg in a roundbottomed flask and add 50 ml of ethanolic potassium hydroxide solution (2-2-6) and some boiling granules. After mounting the reflux condenser, boil for one hour. After cooling, wash the condenser and ground glass joint with about 30 ml of ethanol, and add these washings to the contents of the flask. Titrate the solution with sulphuric acid against phenolphthalein until it becomes colourless. Transfer this solution to a 1000 ml graduated flask (2-2-14), dilute to the mark with deionised water and mix.

Part of this surfactant stock solution is then further diluted. Withdraw 25 ml, transfer to a 500 ml graduated flask (2-2-13), dilute to the mark with deionised water and mix.

This standard solution contains:

$$\frac{E \times 1.023 \text{ mg MBAS per ml}}{20000}$$

where E is the sample weight in mg.

To establish the calibration curve, withdraw 1, 2, 4, 6, 8 ml portions of the standard solution and dilute each to 100 ml with deionised water.

Then proceed as stated under item 2-3 including a blank determination.

2-5 Calculation of results

The amount of anionic surfactant (MBAS) in the sample is read from the calibration curve (2-4). The MBAS content of the sample is given by:

$$\frac{\text{mg MBAS} \times 1000}{V} = \text{MBAS mg/l}$$

where: V = ml volume of the sample used.

Express the results as sodium dodecylbenzene sulphonate (MW 348).

2-6 Expression of results

Express the results as MBAS mg/l to the nearest 0,1.

3- Determination of non-ionic surfactants in biodegradation test liquors

3-1 Principle

Surface active agents are concentrated and isolated by gas stripping. In the sample used, the quantity of non-ionic surfactant should be in the range 250-800 g.

The stripped surfactant is dissolved in ethyl acetate.

After phase separation and evaporation of the solvent, the non-ionic surfactant is precipitated in aqueous solution with modified Dragendorff reagent ($\text{KBil}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{glacial acetic acid}$).

The precipitate is filtered, washed with glacial acetic acid and dissolved in ammonium tartrate solution. The bismuth in the solution is titrated potentiometrically with pyrrolidinedithiocarbamate solution at pH 4-5 using a bright platinum indicator electrode and a calomel or silver/silver chloride reference electrode. The method is applicable to non-ionic surfactants containing 6-30 alkylene oxide groups.

The titration result is multiplied by the empirical factor of 54 for conversion to the reference substance nonylphenol condensed with 10 mols ethylene oxide (NP 10).

3-2 Reagents and Equipment

Reagents are to be made up in deionised water.

3-2-1 Pure ethyl acetate, freshly distilled.

3-2-2 Sodium bicarbonate, NaHCO_3 AR.

3-2-3 Dilute hydrochloric acid [20 ml concentrated acid (HCl) diluted to 1000 ml with water]

3-2-4 Methanol AR, freshly distilled, stored in a glass bottle.

3-2-5 Bromocresol purple, 0,1 g in 100 ml methanol.

3-2-6 Precipitating agent: the precipitating agent is a mixture of two volumes of solution A and one volume of solution B. The mixture is stored in a brown bottle and can be used for up to one week after mixing.

3-2-6-1 Solution A

Dissolve 1,7 g bismuth nitrate, $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ AR, in 20 ml glacial acetic acid, and make up to 100 ml with water. Then dissolve 65 g potassium iodide AR in 200 ml water. Mix these two solutions in a 1000 ml measuring flask, add 200 ml glacial acetic acid (3-2-7) and make up to 1000 ml with water.

3-2-6-2 Solution B

Dissolve 290 g barium chloride, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ AR, in 1000 ml of water.

3-2-7 Glacial acetic acid 99-100 % (lower concentrations are unsuitable).

3-2-8 Ammonium tartrate solution: mix 12,4 g tartaric acid AR and 12,4 ml of ammonia solution AR ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) and make up to 1000 ml with water (or use the equivalent amount of ammonium tartrate AR).

3-2-9 Dilute ammonia solution: 40 ml ammonia solution AR ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) diluted to 1000 ml with water.

3-2-10 Standard acetate buffer: dissolve 40 g solid sodium hydroxide AR, in 500 ml water in a beaker and allow to cool. Add 120 ml glacial acetic acid (3-2-7). Mix thoroughly, cool and transfer to a 1000 ml volumetric flask. Make up to the mark with water.

3-2-11 Pyrrolidinedithiocarbamate solution (known as 'carbate solution'): dissolve 103 mg sodium pyrrolidinedithiocarbamate, $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, in about 500 ml water, add 10 ml of n-amyl alcohol AR and 0,5 g NaHCO_3 AR, and make up to 1000 ml with water.

3-2-12 Copper sulphate solution (for standardisation of 3-2-11).

STOCK SOLUTION

Mix 1,249 g copper sulphate, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ AR, with 50 ml 0,5 M sulphuric acid and make up to 1000 ml with water.

STANDARD SOLUTION

Mix 50 ml stock solution with 10 ml 0,5 M H₂SO₄ and make up to 1000 ml with water.

3-2-13 Sodium chloride AR.

3-2-14 Gas-stripping apparatus (see Figure 5).

The diameter of the sintered disc must be the same as the internal diameter of the cylinder.

3-2-15 Separating funnel, 250 ml.

3-2-16 Magnetic stirrer with magnet 25-30 mm.

3-2-17 Gooch crucible, diameter of the perforated base = 25 mm, Type G4.

3-2-18 Circular glass-fibre filter papers, 27 mm diameter with fibre diameter 0,3-1,5 μ m.

3-2-19 Two filter flasks with adapters and rubber collars, 500 and 250 ml respectively.

3-2-20 Recording potentiometer fitted with a bright platinum indicator electrode and a calomel or silver/silver chloride reference electrode with a 250 mV range, with automatic burette of 20-25 ml capacity, or alternative manual equipment.

3-3 Method

3-3-1 Concentration and separation of the surfactant

Filter the aqueous sample through a qualitative filter paper. Discard the first 100 ml of the filtrate.

Into the stripping apparatus, previously rinsed with ethyl acetate, place a measured quantity of the sample, such that it contains between 250-800 g non-ionic surfactant.

To improve the separation add 100 g sodium chloride and 5 g sodium bicarbonate.

If the volume of the sample exceeds 500 ml, add these salts to the stripping apparatus in solid form, and dissolve by passing nitrogen or air through.

If a smaller-sized sample is used, dissolve the salts in 400 ml water and then add to the stripping apparatus.

Add water to bring the level to the upper stopcock.

Cautiously add 100 ml ethyl acetate on top of the water.

Fill the wash-bottle in the gas-line (nitrogen or air) two-thirds full with ethyl acetate.

Pass a gas stream of 30–60 l/h through the apparatus; the use of a flowmeter is recommended. The rate of aeration must be increased gradually at the beginning. The gas rate must be so adjusted that the phases remain noticeably separate to minimise the mixing of the phases and the solution of the ethyl acetate in the water. Stop the gas flow after five minutes.

If there is a reduction of more than 20 % in the volume of the organic phase through solution in water, the sublation must be repeated paying special attention to the rate of gas flow.

Run off the organic phase into a separating funnel. Return any water in the separating funnel from the aqueous phase — it should only be a few ml — to the stripping apparatus. Filter the ethyl acetate phase through a dry qualitative filter paper into a 250 ml beaker.

Put a further 100 ml ethyl acetate into the stripping apparatus and again pass nitrogen or air through for five minutes. Draw off the organic phase into the separating funnel used for the first separation, reject the aqueous phase and run the organic phase through the same filter as the first ethyl acetate portion. Rinse both the separating funnel and the filter with about 20 ml ethyl acetate.

Evaporate the ethyl acetate extract to dryness using a water-bath (fume cupboard). Direct a gentle stream of air over the surface of the solution to accelerate the evaporation.

3-3-2 Precipitation and filtration

Dissolve the dry residue from 3-3-1 in 5 ml methanol, add 40 ml water and 0,5 ml dilute HCl (3-2-3) and stir the mixture with a magnetic stirrer.

To this solution add 30 ml of precipitating agent (3-2-6) from a measuring cylinder. The precipitate forms after repeated stirring. After stirring for ten minutes leave the mixture to stand for at least five minutes.

Filter the mixture through a Gooch crucible, the base of which is covered with a glass-fibre filter paper. First wash the filter under suction with about 2 ml glacial acetic acid. Then thoroughly wash the beaker, magnet, and crucible with glacial acetic acid, of which about 40–50 ml is necessary. It is not necessary to quantitatively transfer the precipitate adhering to the sides of the beaker, to the filter, because the solution of the precipitate for the titration is returned to the precipitating beaker, and the remaining precipitate will then be dissolved.

3-3-3 Dissolution of the precipitate

Dissolve the precipitate in the filter crucible by the addition of hot ammonium tartrate solution (about 80 ° C) (3-2-8) in three portions of 10 ml each. Allow each portion to stand in the crucible for some minutes before being sucked through the filter into the flask.

Put the contents of the filter flask into the beaker used for the precipitation. Rinse the sides of the beaker with a further 20 ml of tartrate solution to dissolve the rest of the precipitate.

Carefully wash the crucible, adapter and filter flask with 150-200 ml water, and return the rinsing water to the beaker used for the precipitation.

3-3-4 The titration

Stir the solution using a magnetic stirrer (3-2-16), add a few drops of bromocresol purple (3-2-5) and add the dilute ammonia solution (3-2-9) until the colour turns violet (the solution is initially weakly acid from the residue of acetic acid used for rinsing).

Then add 10 ml standard acetate buffer (3-2-10), immerse the electrodes in the solution, and titrate potentiometrically with standard 'carbate solution' (3-2-11), the burette tip being immersed in the solution.

The titration rate should not exceed 2 ml/min. The endpoint is the intersection of the tangents to the two branches of the potential curve.

It will be observed occasionally that the inflection in the potential curve becomes flattened; this can be eliminated by carefully cleaning the platinum electrode (by polishing with emery paper).

3-3-5 Blank determinations

At the same time run a blank determination through the whole procedure with 5 ml methanol and 40 ml water, according to the instructions in 3.3.2.

The blank titration should be below 1 ml, otherwise the purity of the reagents (3-2-3, 3-2-7, 3-2-8, 3-2-9, 3-2-10) is suspect, especially their content of heavy metals, and they must be replaced. The blank must be taken into account in the calculation of the results.

3-3-6. Control of the factor of the 'carbate solution'

Determine the factor for the carbate solution on the day of use. To do this, titrate 10 ml of the copper sulphate solution (3-2-12) with 'carbate solution' after the addition of 100 ml water and 10 ml standard acetate buffer (3-2-10). If the amount used is a ml, the factor f is:

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

and all the results of the titration are multiplied by this factor.

3-4 Calculation of results

Every non-ionic surfactant has its own factor, depending on its composition, particularly on the length of the alkene oxide chain. The concentration of non-ionic surfactant is expressed in relation to a standard substance — a nonyl phenol with ten ethylene oxide units (NP 10) — for which the conversion factor is 0,054.

Using this factor the amount of surfactant present in the sample is found expressed as mg of NP 10 equivalent, as follows:

$$(b - c) \times f \times 0.054 = \text{mg non - ionic surfactant as NP 10}$$

where:

b = volume of 'carbate solution' used by the sample (ml),

c = volume of 'carbate solution' used by the blank (ml),

f = factor of the 'carbate solution'.

3-5 Expression of results

Express the results in mg/l as NP 10 to the nearest 0,1.

4- Preliminary treatment of anionic surfactants to be tested

4-1 Preliminary notes

4-1-1 Treatment of samples

The treatment of anionic surface-active agents and formulated detergents prior to the determination of primary biodegradability in the confirmatory test is:

Products	Treatment
Anionic surfactants	None
Formulated detergents	Alcoholic extraction followed by separation of the anionic surfactants by ion exchange

The purpose of the alcoholic extraction is to eliminate the insoluble and inorganic ingredients of the commercial product, which in some circumstances might upset the biodegradability test.

4-1-2 Ion-exchange procedure

Isolation and separation of anionic surface active agents from soap, nonionic and cationic surfactants are required for correct biodegradability tests.

This is achieved by an ion-exchange technique using a macro-porous exchange resin and suitable eluants for fractional elution. Thus soap, anionic and non-ionic surfactants may be isolated in one procedure.

4-1-3 Analytical control

After homogenising, the concentration of anionic surfactants in the synthetic detergent is determined according to the MBAS analytical procedure. The soap content is determined by a suitable analytical method.

This analysis of the products is necessary to calculate the quantities required for preparing fractions for the biodegradability test.

Quantitative extraction is not necessary; however, at least 80 % of the anionic surfactants should be extracted. Usually, 90 % or more is obtained.

4-2 Principle

From a homogeneous sample (powders, dried pastes and dried liquids) an ethanol extract is obtained which contains the surfactants, soap and other alcohol-soluble constituents of the synthetic detergent sample.

The ethanol extract is evaporated to dryness, dissolved in an isopropanol/water mixture and the solution obtained is passed through a strongly acidic cation exchange/macro-porous anion exchange combination heated to 50°C. This temperature is necessary to prevent the precipitation of any fatty acids which may be present in acidic media.

Any non-ionic surfactants remain in the effluent.

Soap fatty acids are separated by extraction with ethanol containing CO₂.

The anionic surfactants are then obtained as ammonium salts, by elution with an aqueous isopropanolic solution of ammonium bicarbonate. These ammonium salts are used for the degradation test.

Cationic surfactants that might upset the biodegradability test and the analytical procedure are eliminated by the cation exchanger placed above the anion exchanger.

4-3 Chemicals and equipment

4-3-1 Deionised water

4-3-2 Ethanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (permissible denaturant: methyl ethyl ketone or methanol)

4-3-3 Isopropanol/water mixture (50/50 v/v):

- 50 parts by volume isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, and
- 50 parts by volume water (4-3-1)

- 4-3-4 Solution of carbon dioxide in ethanol (approximately 0,1 % CO₂): using a delivery tube with a built-in sinter, pass carbon dioxide, CO₂, through the ethanol (4-3-2) for ten minutes. Use fresh solutions only
- 4-3-5 Ammonium bicarbonate solution (60/40 v/v): 0,3 mol NH₄HCO₃ in 1000 ml of an isopropanol/water mixture consisting of 60 parts by volume isopropanol and 40 parts by volume water (4-3-1)
- 4-3-6 Cation exchanger (KAT), strongly acidic, resistant to alcohol (50-100 mesh)
- 4-3-7 Anion exchanger (AAT), macro-porous, Merck Lewatit MP 7080 (70- 150 mesh) or equivalent
- 4-3-8 Hydrochloric acid, 10 % HCl (w/w)
- 4-3-9 2000 ml round-bottomed flask with ground glass stopper and reflux condenser
- 4-3-10 90 mm diameter suction filter (heatable) for filter papers
- 4-3-11 2000 ml filter flask
- 4-3-12 Exchange columns with heating jacket and tap: inner tube 60 mm in diameter and 450 mm in height (see Figure 4)
- 4-3-13 Water-bath
- 4-3-14 Vacuum drying oven
- 4-3-15 Thermostat
- 4-3-16 Rotary evaporator
- 4-4 Preparation of extract and separation of anionic active agents
 - 4-4-1 Preparation of extract

The quantity of surfactants necessary for the biodegradation test is about 50 g MBAS.

Normally, the quantity of product to be extracted will not exceed 1000 g, but it may be necessary to extract further quantities of sample. For practical reasons, the quantity of product used should in most cases be limited to 5000 g in preparing extracts for the biodegradation test.

Experience has shown that there are advantages in using a number of small extractions rather than one large extraction. The exchanger quantities specified are designed for a working capacity of 600-700 mmoles of surfactants and soap.
 - 4-4-2 Isolation of alcohol-soluble constituents

Add 250 g of the synthetic detergent to be analysed to 1250 ml ethanol, heat the mixture to boiling point and reflux for one hour with stirring.

Pass the hot alcoholic solution through a coarse-pored suction filter heated to 50°C and filter rapidly. Wash the flask and suction filter with approximately 200 ml hot ethanol. Collect the filtrate and filter washings in a filter flask.

In the case of pastes or liquid products to be analysed, make sure that not more than 55 g anionic surfactants and 35 g soap are contained in the sample. Evaporate this weighed sample to dryness. Dissolve the residue in 2000 ml ethanol and proceed as described above. In the case of powders of low apparent density (< 300 g/l) it is recommended to increase the ethanol ratio in the relation 20:1. Evaporate the ethanolic filtrate to dryness, preferably by means of a rotary evaporator. Repeat the operation if a greater quantity of extract is required. Dissolve the residue in 5000 ml isopropanol/water mixture.

4-4-3 Preparation of ion-exchange columns

CATION-EXCHANGE COLUMN

Place 600 ml cation-exchange resin (4-3-6) in a 3000 ml beaker and cover by adding 2000 ml hydrochloric acid (4-3-8). Allow to stand for at least two hours, with occasional stirring.

Decant the acid and transfer the resin into the column (4-3-12) by means of deionised water. The column should contain a glass-wool plug.

Wash the column with deionised water at a rate of 10-30 ml/min until the eluate is free of chloride.

Displace the water with 2000 ml isopropanol/water mixture (4-3-3) at a rate of 10-30 ml/min. The exchange column is now ready for operation.

ANION-EXCHANGE COLUMN

Place 600 ml anion-exchange resin (4-3-7) in a 3000 ml beaker and cover by adding 2000 ml deionised water.

Allow the resin to swell for at least two hours.

Transfer the resin into the column by means of deionised water. The column should contain a glass-wool plug.

Wash the column with 0,3 M ammonium bicarbonate solution (4-3-5) until free of chloride. This requires about 5000 ml solution. Wash again with 2000 ml deionised water. Displace the water with 2000 ml isopropanol/water mixture (4-3-3) at a rate of 10-30 ml/min. The exchange column is now in the OH-form and ready for operation.

Ion-exchange procedure

4-4-4 Connect the exchange columns so that the cation-exchange column is placed on top of the anion-exchange column.

Heat the exchange columns to 50 ° C using thermostatic control.

Heat 5000 ml of the solution obtained in item 4-4-2 to 60 ° C and pass the solution through the exchanger combination at a rate of 20 ml/min.

Wash the columns with 1000 ml hot isopropanol/water mixture (4-3-3).

To obtain the anionic surface active agents (MBAS), disconnect the KAT column. Using 5 000 ml ethanol/CO₂ solution at 50 ° C (4-3-4), elute the soap fatty acids out of the KAT column. Reject the eluate.

Then elute the MBAS out of the AAT column with 5000 ml ammonium bicarbonate solution (4-3-5). Evaporate the eluate to dryness using a steam bath or in a rotary evaporator.

The residue contains the MBAS (as ammonium salt) and possible nonsurfactant anionics that have no detrimental effect on the biodegradation test. Add deionised water to the residue until a definite volume is obtained and determine the MBAS content in an aliquot. The solution is used as a standard solution of the anionic synthetic detergents for the biodegradation test. The solution should be kept at a temperature below 5°C.

4-4-5 Regeneration of ion exchange resins

The cation exchanger is rejected after use.

Passing an additional quantity of ammonium bicarbonate solution (4-3-5) down the column at a flow rate of approximately 10 ml/min until the eluate is free from anionic surfactants (methylene blue test) regenerates the anion-exchange resin.

Then pass 2000 ml isopropanol/water mixture (4-3-3) down the anion exchanger to wash. The anion exchanger is again ready for operation.

Preliminary treatment of non-ionic surfactants to be tested.

5- Preliminary notes

5-1 Treatment of samples

5-1-1 The treatment of non-ionic surface-active agents and formulated detergents prior to the determination of primary biodegradability in the confirmatory test is:

The purpose of the alcoholic extraction is to eliminate the insoluble and inorganic ingredients of the commercial product, which in some circumstances might upset the biodegradability test.

Products	Treatment
Non-ionic surfactants	None
Formulated detergents	Alcoholic extraction followed by separation of thenon-ionic surfactants by ion exchange

5-1-2 Ion-exchange procedure

Isolation and separation of non-ionic surface active agents from soap, anionic and cationic surfactants are required for correct biodegradability tests.

This is achieved by an ion exchange technique using a macro-porous exchange resin and suitable eluants for fractional elution. Thus soap, anionic and non-ionic surfactants may be isolated in one procedure.

5-1-3 Analytical control

After homogenising, the concentration of anionic and non-ionic surfactants in the detergent is determined according to the MBAS and BiAS analytical procedure. The soap content is determined by a suitable analytical method.

This analysis of the product is necessary to calculate the quantities required preparing fractions for the biodegradability tests.

Quantitative extraction is not necessary; however, at least 80 % of the non-ionic surfactants should be extracted. Usually, 90 % or more is obtained.

5-2 Principle

From a homogeneous sample (powders, dried paste and dried liquids) an ethanol extract is obtained which contains the surfactants, soap and other alcohol-soluble constituents of the detergent sample.

The ethanol extract is evaporated to dryness, dissolved in an isopropanol/water mixture and the solution obtained is passed through a strongly acidic cation exchange/macro-porous anion exchange combination heated to 50°C. This temperature is necessary to prevent the precipitation of any fatty acids which may be present in acidic media.

The non-ionic surfactants are obtained from the effluent by evaporation.

Cationic surfactants, which might upset the degradation test and the analytical procedure, are eliminated by the cation exchanger placed above the anion exchanger.

Chemicals and equipment

- 5-3 Deionised water
- 5-3-1 Ethanol, C₂H₅OH 95 % (v/v) (permissible denaturant: methyl-ethyl ketone or methanol)
- 5-3-2 Isopropanol/water mixture (50/50 v/v):
- 50 parts by volume isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, and
 - 50 parts by volume water (5-3-1)
- 5-3-3 Ammonium bicarbonate solution (60/40 v/v):
- 0,3 mol NH₄HCO₃ in 1 000 ml of an isopropanol/water mixture consisting of 60 parts by volume isopropanol and 40 parts by volume water (5-3-1)
- 5-3-4 Cation exchanger (KAT), strongly acidic, resistant to alcohol (50-100 mesh)
- 5-3-5 Anion exchanger (AAT), macro-porous, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) or equivalent
- 5-3-6 Hydrochloric acid, 10 % HCl w/w
- 5-3-7 2000 ml round-bottomed flask with ground glass stopper and reflux condenser
- 5-3-8 90 mm diameter suction Filter (heatable) for filter papers
- 5-3-9 2000 ml filter flask
- 5-3-10 Exchange columns with heating jacket and tap: inner tube 60 mm in diameter and 450 mm in height (see Figure 4)
- 5-3-11 Water-bath
- 5-3-12 Vacuum drying oven
- 5-3-13 Thermostat
- 5-3-14 Rotary evaporator
- 5-3-15 Preparation of extract and separation of non-ionic active agents
- 5-4 Preparation of extract
- 5-4-1 The quantity of surfactant necessary for the degradation test is about 25 g BiAS.
- In preparing extracts for the degradation tests, the quantity of product to be used should be limited to a maximum of 2000 g. Therefore it may be necessary to carry out the operation two or more times in order to obtain sufficient quantity for the degradation tests.
- Experience has shown that there are advantages in using a number of small extractions rather than one large extraction.
- 5-4-2 Isolation of alcohol-soluble constituents

Add 250 g of the synthetic detergent to be analysed to 1250 ml ethanol and heat the mixture to boiling point and reflux for one hour with stirring. Pass the hot alcoholic solution through a coarse-pored suction filter heated to 50 ° C and filter rapidly. Wash the flask and suction filter with approximately 200 ml hot ethanol. Collect the filtrate and filter washings in a filter flask.

In the case of pastes or liquid products to be analysed, make sure that not more than 25 g anionic surfactants and 35 g soap are contained in the sample. Evaporate this weighed sample to dryness. Dissolve the residue in 500 ml ethanol and proceed as described above.

In the case of powders of low apparent density (< 300 g/l) it is recommended to increase the ethanol ratio in the relation 20:1.

Evaporate the ethanolic filtrate to complete dryness, preferably by means of rotary evaporator. Repeat the operation if a greater quantity of extract is required. Dissolve the residue in 5000 ml isopropanol/water mixture.

5-4-3 Preparation of ion-exchange columns

CATION-EXCHANGE COLUMN

Place 600 ml cation-exchange resin (5-3-5) in a 3000 ml beaker and cover by adding 2000 ml hydrochloric acid (5-3-7). Allow to stand for at least two hours, with occasional stirring.

Decant the acid and transfer the resin into the column (5-3-11) by means of deionised water. The column should contain a glass-wool plug. Wash the column with deionised water at a rate of 10-30 ml/min until the eluate is free of chloride.

Displace the water with 2 000 ml isopropanol/water mixture (5-3-3) at a rate of 10-30 ml/min. The exchange column is now ready for operation.

ANION-EXCHANGE COLUMN

Place 600 ml anion-exchange resin (5-3-6) in a beaker and cover by adding 2000 ml deionised water. Allow the resin to swell for at least two hours. Transfer the resin into the column by means of deionised water. The column should contain a glass-wool plug.

Wash the column with 0,3 M ammonium bicarbonate solution (5.3.4) until free of chloride. This requires about 5000 ml solution. Wash again with 2000 ml deionised water.

Displace the water with 2000 ml isopropanol/water mixture (5-3-3) at a rate of 10-30 ml/min. The exchange column is now in the OH form and ready for operation.

5-4-4 Ion-exchange procedure

Connect the exchange columns so that the cation-exchange column is placed on top of the anion-exchange column. Heat the exchange columns to 50 ° C using thermostatic control. Heat 5000 ml of the solution obtained in item 5-4-2 to 60 ° C and pass the solution through the exchanger combination at a rate of 20 ml/min. Wash the columns with 1000 ml hot isopropanol/water mixture (5-3-3).

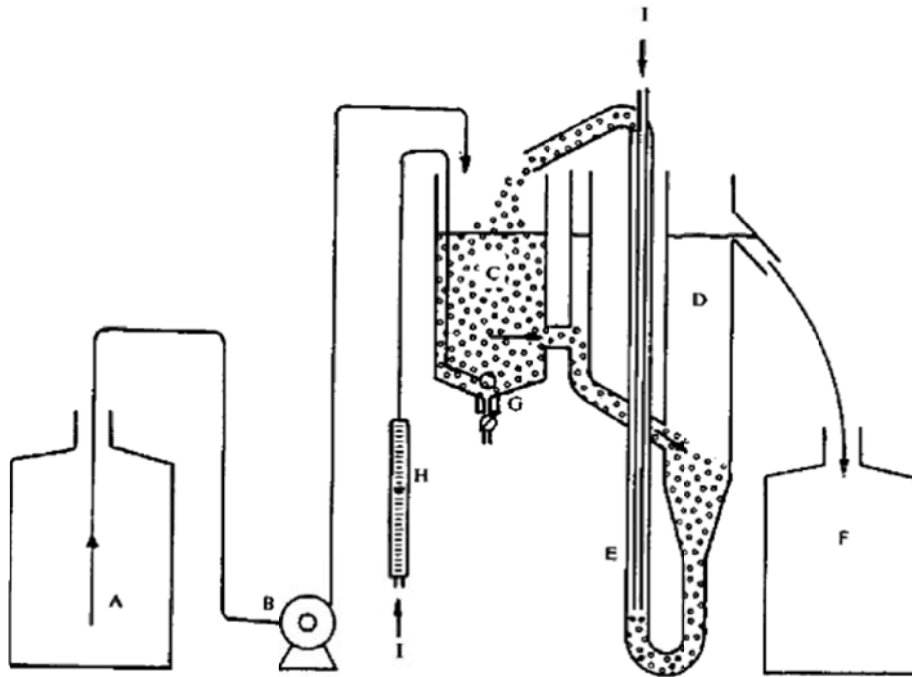
To obtain the non-ionic surfactants collect the filtrate and filter washings and evaporate to dryness, preferably by means of a rotary evaporator. The residue contains the BiAS. Add deionised water until a defined volume is obtained and determine the BiAS content in an aliquot. The solution is used as a standard solution of non-ionic surfactants for the degradation test. The solution should be kept at a temperature below 5 ° C.

5-4-5 Regeneration of ion exchange resins

The cation exchanger is rejected after use.

Passing about 5000-6000 ml of ammonium bicarbonate solution (5-3-4) down the column at a flow rate of approximately 10 ml/min until the eluate is free from anionic surfactants (methylene blue test) regenerates the anion-exchange resin. Then pass 2000 ml isopropanol/water mixture (5-3-3) down the anion exchanger to wash. The anion exchanger is again ready for operation.

Figure 1
Activated sludge plant: overviews

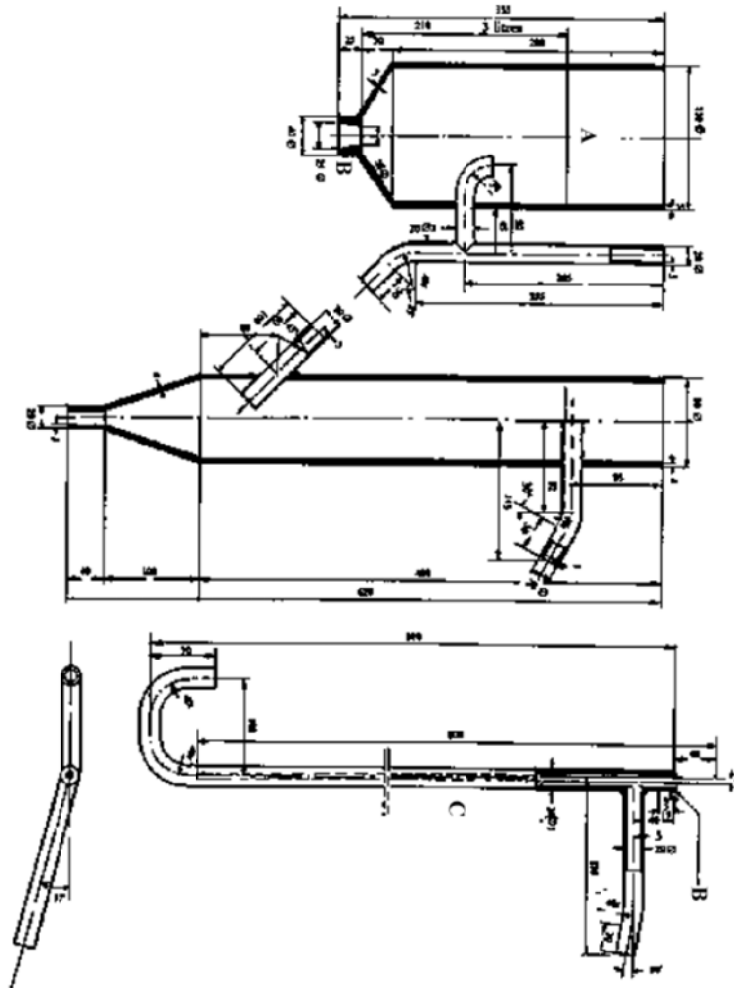


- A Storage vessel
- B Dosing device
- C Aeration chamber (three litres capacity)
- D Settling vessel
- E Air-lift pump
- F Collector
- G Sintered aerator
- H Air-flow meter
- I Air

Figure 2

Activated sludge plant: detail

(dimensions in millimetres)



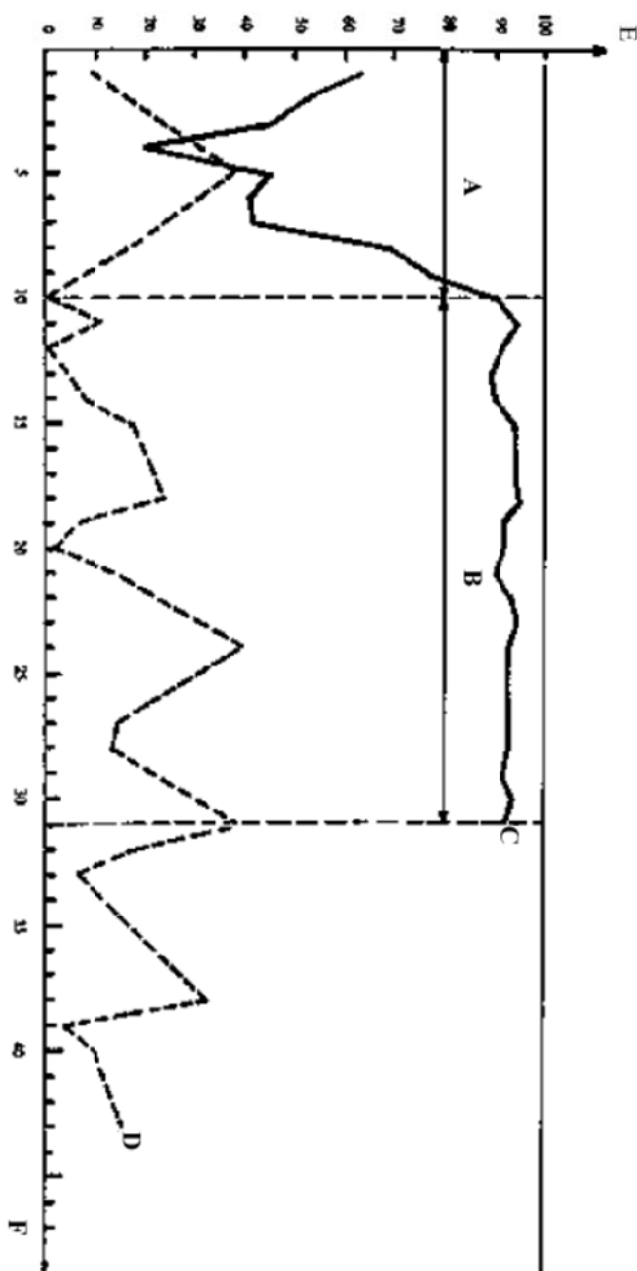
A Liquid level

B Hard PVC

C Glass or waterproof plastic (hard PVC)

Figure 3

Calculation of biodegradability — Confirmatory test



- A Running-in period
- B Period used for calculation (twenty-one days)
- C Readily biodegradable surfactant
- D Surfactant not readily biodegradable
- E Biodegradation (%)
- F Time (days)

Figure 4
 Heated exchange column
 (dimensions in millimetres)

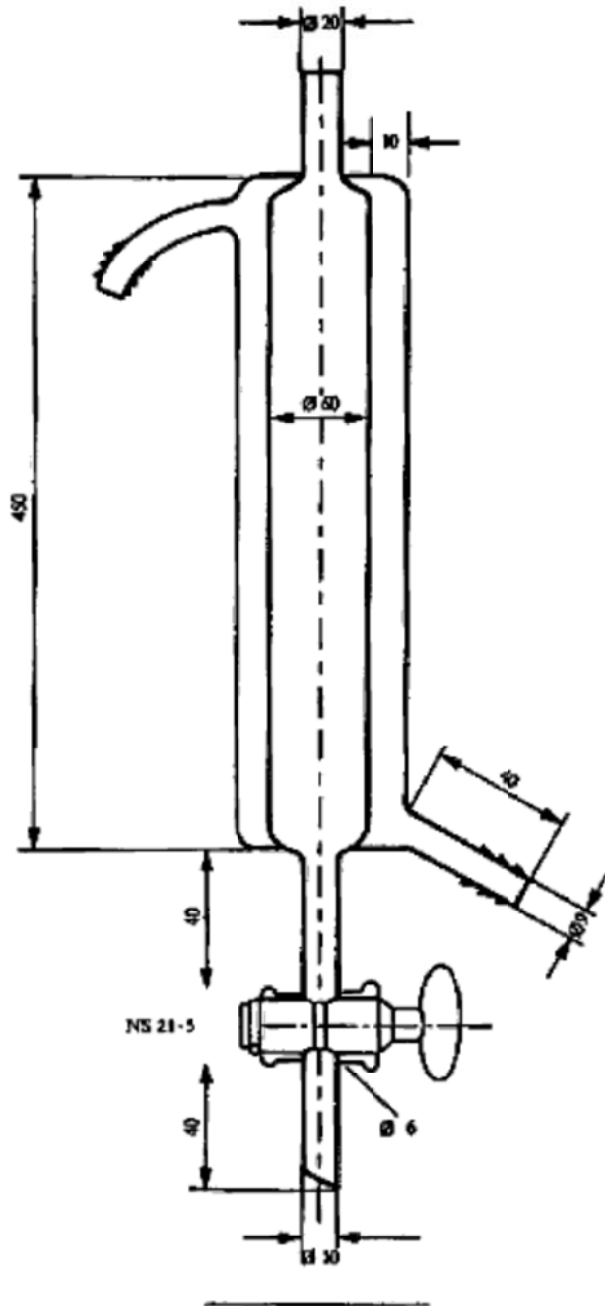


Figure 5
Gas stripping apparatus
(dimensions in millimetres)

