|  |
| --- |
| **PRAVILNIK**  **O DETERGENTIMA**  *("Sl. glasnik RS", br. 25/2015)* |

***1. Uvodna odredba***

**Član 1**

Ovim pravilnikom propisuju se kriterijumi i metode ispitivanja biorazgradljivosti surfaktanta, sadržina tehničkog dosijea o surfaktantu, specifičan način obeležavanja detergenta, sadržaj Liste o sastavu detergenta, podaci iz tog lista koje treba učiniti dostupnim javnosti, kao i ograničenja određenih hemikalija kao sastojaka detergenata, odnosno zabrane stavljanja u promet određenih detergenata.

***2. Značenje pojmova***

**Član 2**

Pojedini izrazi upotrebljeni u ovom pravilniku imaju sledeće značenje:

1) *analitički reagens* (Analytical grade reagent - AR) jeste reagens sa visokim ili dovoljnim stepenom čistoće koja je potrebna za izvođenje analitičke metode;

2) *detergent za industrijske ili profesionalne svrhe* jeste detergent koji koristi samo stručno osposobljeno osoblje, a koji se ne koristi u domaćinstvu;

3) *detergent za mašinsko pranje posuđaza opštu upotrebu* jeste detergent koji je stavljen u promet, a koji je namenjen za korišćenje u mašinama za pranje posuđa od strane korisnika koji nisu profesionalni korisnici;

4) *detergent za pranje veša za opštu upotrebu* jeste detergent za pranje veša koji je stavljen u promet, a koji je namenjen za korišćenje od strane korisnika koji nisu profesionalni korisnici, uključujući i onaj detergent namenjen za korišćenje u perionicama veša;

5) *inheretna biorazgradljivost* jeste razgradnja surfaktanta upotrebom pred-adaptiranog inokuluma u periodu dužem od 28 dana do razgradnje 60% molekula surfaktanta na ugljen dioksid, vodu i mineralne soli (mineralizacija);

6) *pomoćne smeše za pranje* jesu:

(1) *omekšivač za veš* - sredstvo namenjeno za promenu osećaja pri dodiru tkanine koje se koristi u završnim procesima pranja tkanine,

(2) *pomoćno sredstvo za pranje* - sredstvo namenjeno za pretpranje, ispiranje ili izbeljivanje odeće, veša iz domaćinstva, itd,

(3) *smeša za čišćenje* - sredstvo namenjeno za čišćenje u domaćinstvu i za drugo čišćenje površina (npr: materijala, proizvoda, mašina, mehaničkih alata, prevoznih sredstava i prateće opreme, instrumenata, aparatura, itd.),

(4) *ostala sredstva za čišćenje i pranje* - sredstva namenjena za sve druge procese pranja i čišćenja;

7) *sastojak detergenta* jeste svaka hemijska supstanca, sintetičkog ili prirodnog porekla namenjena za umešavanje u detergent;

8) *čišćenje* jeste proces pri kom se naslage neželjenih nečistoća uklanjaju sa ili iz podloge prevođenjem tih naslaga u stanje rastvora ili disperzije.

**Član 3**

Na surfaktant koji je aktivna supstanca u skladu sa zakonom kojim se uređuju biocidni proizvodi i koji se koristi kao dezinficijens, a koji je upisan u Listu I - Lista aktivnih supstanci ili Listu Ia - Lista aktivnih supstanci sadržanih u biocidnom proizvodu manjeg rizika, odnosno ako je za biocidni proizvod koji sadrži taj surfaktant izdat akt kojim se odobrava njegovo stavljanje u promet, ne primenjuju se metode ispitivanja biorazgradljivosti surfaktanta iz člana 4. ovog pravilnika.

Na surfaktant iz stava 1. ovog člana ne primenjuju se odredbe čl. 5. do 17. ovog pravilnika.

***3. Kriterijumi i metode ispitivanja biorazgradljivosti surfaktanta***

**Član 4**

Surfaktant ispunjava kriterijum potpune aerobne biorazgradljivosti (mineralizacija), ako dejstvom mikroorganizama u periodu od 28 dana dođe do potpune razgradnje 60% molekula na: ugljendioksid, vodu i mineralne soli.

Surfaktant ispunjava kriterijum primarne biorazgradljivosti, ako dejstvom mikroorganizama dođe do strukturne promene 80% molekula u periodu od tri sata, pri čemu surfaktant gubi površinski aktivno svojstvo.

Biorazgradljivost surfaktanta određuje se metodama datim u Prilogu 1 - Metode ispitivanja biorazgradljivosti za surfaktante u detergentima, koji je odštampan uz ovaj pravilnik i čini njegov sastavni deo.

***4. Sadržina tehničkog dosijea o surfaktantu***

**Član 5**

Tehnički dosije o surfaktantu sadrži podatke potrebne za izdavanje odobrenja za korišćenje surfaktanta koji ne ispunjava uslove potpune aerobne biorazgradljivosti.

Tehnički dosije o surfaktantu sadrži sledeće delove:

1) identitet surfaktanta;

2) rezultati ispitivanja biorazgradljivosti surfaktanta;

3) informacije o surfaktantu;

4) količine surfaktanta koje se koriste u detergentima;

5) predviđeni načini korišćenja;

6) potencijalno teško razgradljivi metaboliti;

7) rezultati dodatnih ispitivanja;

8) predlog procene rizika surfaktanta.

**Član 6**

Deo tehničkog dosijea o identitetu surfaktanta sadrži: naziv surfaktanta, hemijski naziv i/ili naziv po IUPAC nomenklaturi, trgovačko ime, sinonim, CAS broj i EC broj (ako je dostupan), podatke koji se odnose na molekulsku i strukturnu formulu, kao i podatke o sastavu surfaktanta.

**Član 7**

Deo tehničkog dosijea o rezultatima ispitivanja biorazgradljivosti surfaktanta sadrži podatke o potpunoj aerobnoj ili primarnoj biorazgradljivosti, o stepenu biorazgradljivosti koji je dobijen ispitivanjem, korišćenom inokulumu, sadržaju surfaktanta koji je korišćen u metodi ispitivanja, nazivu metode kojom je ispitivana biorazgradljivost i nazivu referentne laboratorije koja je vršila ispitivanja.

**Član 8**

Deo tehničkog dosijea o informacijama o surfaktantu sadrži fizičko-hemijska svojstva od kojih treba navesti: agregatno stanje, tačku topljenja, tačku ključanja, relativnu gustinu, koeficijent raspodele oktanol/voda, kritičnu micelarnu koncentraciju, rastvorljivost u vodi i pH vrednost.

**Član 9**

Deo tehničkog dosijea o količinama surfaktanta koje se koriste u detergentima sadrži podatke o količini surfaktanta sadržanog u svakoj vrsti detergenta ili pomoćnog sredstva za čišćenje u kojima se taj surfaktant koristi.

**Član 10**

Deo tehničkog dosijea o predviđenim načinima korišćenja sadrži podatke na osnovu kojih se vrši procena uticaja korišćenja tog surfaktanta u detergentima na životnu sredinu, podatke o socio-ekonomskoj opravdanosti korišćenja surfaktanta, o uslovima korišćenja (scenario ispuštanja), o ukupno korišćenim količinama surfaktanta, o dostupnosti i primenljivosti alternativnog rešenja uzimajući u obzir njegov radni i ekonomski učinak i procenu bitnih podataka o životnoj sredini.

**Član 11**

Deo tehničkog dosijea o podacima koji se odnose na potencijalno teško razgradljive metabolite koji nastaju biorazgradnjom surfaktanta, sadrži podatke o toksičnosti tih metabolita.

Ako identitet metabolita iz stava 1. ovog člana nije moguće utvrditi, dostavljaju se dodatni podaci o likvoru koji nastaje pri biorazgradnji i to fizičko-hemijska svojstva likvora (rastvorljivost u vodi, koeficijent raspodele oktanol:voda (Log Po/w) itd.) i ostali podaci do kojih se došlo tokom ispitivanja, kao i nazivi analitičkih metoda korišćenih pri ovim ispitivanjima.

**Član 12**

Ispitivanja koja se vrše za dobijanje podataka za tehnički dosije iz člana 11. ovog pravilnika, vrše se prema postupku postepenog sprovođenja ispitivanja, kojim se obezbeđuje maksimalno korišćenje *in-vitro* metoda i drugih metoda kojima se ne vrše ispitivanja na životinjama.

**Član 13**

Kada se na osnovu rezultata ispitivanja iz člana 7. ovog pravilnika dokaže da surfaktant ispunjava kriterijume primarne biorazgradljivosti, vrše se dodatna ispitivanja za taj surfaktant.

**Član 14**

Deo tehničkog dosijea o dodatnim ispitivanjima sadrži rezultate ispitivanja:

1) inherentne biorazgradljivosti;

2) biorazgradljivosti surfaktanta metodom simulacije aktivnog mulja;

3) toksičnosti likvora koji nastaje pri biorazgradnji ispitivanog surfaktanta.

Rezultati ispitivanja iz stava 1. tačka 1) ovog člana sadrže i podatke o pred-adaptiranom inokulumu.

**Član 15**

Za određivanje inherentne biorazgradljivosti primenjuje se najmanje jedna od navedenih metoda:

1) Metoda C.12. - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - Modifikovana semikontinualna metoda sa aktivnim muljem (SCAS) metoda - SRPS EN ISO 9887;

2) Metoda C.9. - Zahn-Wellens metoda - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - SRPS EN ISO 9888 - Statička proba.

Ako rezultati ispitivanja inherentne biorazgradljivosti dokažu da ispitivani surfaktant ne postiže 60% razgradljivosti molekula, to ukazuje na potencijalnu perzistentnost surfaktanta.

**Član 16**

Za određivanje biorazgradljivosti metodom simulacije aktivnog mulja primenjuje se Metoda C.10. - SRPS ISO 11733.

Ako se rezultatima ispitivanja biorazgradljivosti metodom simulacije aktivnog mulja dokaže potencijalno oslobađanje metabolita pri obradi otpadne vode, vrši se dodatna procena rizika.

**Član 17**

Rezultati ispitivanja toksičnosti likvora koji nastaje pri biorazgradnji sadrži podatke o hemijskim i fizičkim svojstvima, o efektima na organizme i podatke o različitim vrstama razgradnje.

Podaci o hemijskim i fizičkim svojstvima sadrže:

1) identitet metabolita i analitička metoda kojom je utvrđen;

2) glavna fizičko-hemijska svojstva (rastvorljivost u vodi, koeficijent raspodele oktanol:voda (Log Po/w) itd.).

Podaci o efektima na organizme dobijaju se korišćenjem sledećih metoda:

1) Metoda C.1. - za efekte na ribe;

2) Metoda C.2. - za efekte na dafnije;

3) Metoda C.3. - za efekte na alge;

4) Metoda C.11. - za efekte na bakterije.

Podaci o biotičkoj razgradnji dobijaju se korišćenjem Metode C.5, a podaci o abiotičkoj razgradnji dobijaju se korišćenjem Metode C.7. pri čemu se mora uzeti u obzir potencijal metabolita za biokoncentraciju kao i njihova raspodela u sedimentu.

Metode iz st. 3. i 4. ovog člana date su u propisu kojim se uređuju metode ispitivanja svojstava hemikalija.

***5. Način obeležavanja detergenta***

**Član 18**

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta nalaze se pored elemenata obeležavanja koji su u skladu sa propisima kojima se uređuje klasifikacija, pakovanje i obeležavanje supstanci i smeša, vidljivo, neizbrisivo i na srpskom jeziku i:

1) naziv i trgovačko ime detergenta;

2) naziv ili zaštićeni znak, puna adresa i telefonski broj pravnog lica odgovornog za stavljanje detergenta u promet;

3) adresa, adrese elektronske pošte i internet prezentacije, kao i telefonski broj iz Liste o sastavu detergenta.

Podaci iz stava 1. ovog člana navode se u dokumentaciji koja ide uz detergent koji se transportuje u rasutom stanju.

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta naznačava se sastav detergenta na način dat u Delu 1A. Priloga 2 - Način obeležavanja detergenta (u daljem tekstu Prilog 2), koji je odštampan uz ovaj pravilnik i čini njegov sastavni deo, kao i uputstvo za korišćenje i ako je to potrebno, posebne mere predostrožnosti.

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta koji sadrži surfaktant iz člana 3. stav 1. ovog pravilnika nalaze se podaci propisani za dezinficijens na način dat u Delu 1A. Priloga 2.

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta koji se koristi za pranje veša stoje informacije i napomene za doziranje na način dat u Delu 1B. Priloga 2.

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta za pranje veša za opštu upotrebu stoje informacije i napomene za doziranje na način dat u Delu 1B. Priloga 2.

Na etiketi odnosno ambalaži detergenta za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu stoje informacije i napomene na način dat u Delu 1B. Priloga 2.

Ako je detergent namenjen za opštu upotrebu na njegovoj etiketi odnosno ambalaži ne može da se nalazi slikovni prikaz voća takav da može dovesti potrošača u zabludu u pogledu korišćenja tog detergenta.

Izuzetno od stava 3. ovog člana detergent se ne obeležava na način dat u Delu 1A. Priloga 2, ako se taj detergent koristi u industriji ili za profesionalne svrhe, nije namenjen za opštu upotrebu i za njega je dostavljen bezbednosni list.

***6. Lista o sastavu detergenta i podaci dostupni javnosti***

**Član 19**

Lista o sastavu detergenta namenjenog za opštu upotrebu, sadrži:

1) naziv detergenta;

2) podatke o proizvođaču (adresa, e-mail i telefonski broj);

3) podatke o svim sastojcima detergenta, datih po zastupljenosti masenog udela izraženog u procentima, od najvećeg do najmanjeg, prikazanim u sledećim opsezima:

(1) više od 10% (≥10%),

(2) od 1% do 10% (1-10%),

(3) od 0,1% do 1% (0,1-1%),

(4) manje od 0,1% (<0,1%).

Nečistoće se ne smatraju sastojcima i ne navode se.

Za svaki sastojak detergenta navodi se: hemijski naziv ili naziv prema IUPAC nomenklaturi; CAS broj; i ako su dostupni naziv prema nomenklaturi INCI (Međunarodna nomenklatura kozmetičkih sastojaka); i naziv iz evropske farmakopeje.

Mirisi, etarska ulja ili agensi za bojenje, navode se kao pojedinačni sastojak, a supstance koje ulaze u njihov sastav ne navode se, osim alergena koji ulaze u sastav mirisa, kada su prisutni u koncentraciji većoj od 0,01%.

Nazivi alergena iz stava 4. ovog člana navode se prema propisima kojim se uređuju kozmetička sredstva.

**Član 20**

Podaci iz Liste o sastavu detergenta namenjenog za opštu upotrebu koji treba da se učine dostupnim javnosti su:

1) nazivi sastojaka detergenta - nazivi se daju po INCI nomenklaturi ili prema Evropskoj farmakopeji, a ako ovi nazivi nisu dostupni, uobičajeni hemijski naziv ili naziv prema IUPAC nomenklaturi;

2) podaci iz člana 19. stav 4. ovog pravilnika za mirise, etarska ulja i agense za boju.

Internet strana sa podacima iz Liste o sastavu detergenta namenjenog za opštu upotrebu iz stava 1. ovog člana je dostupna javnosti i redovno se ažurira.

***7. Ograničenja i zabrane za detergente***

**Član 21**

Detergente za pranje veša za opštu upotrebu i detergente za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu zabranjeno je stavljati u promet, ako ne ispunjavaju propisane uslove o sadržaju fosfora date u Prilogu 3 - Ograničenje sadržaja fosfata i drugih fosfornih jedinjenja u detergentima za pranje veša i detergentima za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu, koji je odštampan uz ovaj pravilnik i čini njegov sastavno deo.

**Član 22**

Na detergente za pranje veša za opštu upotrebu odredbe člana 21. ovog pravilnika primenjuju se od 31. decembra 2015. godine.

Na detergente za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu odredbe člana 21. primenjuju se od 1. januara 2018. godine.

Detergenti iz člana 21. ovog pravilnika, mogu ostati u prometu još godinu dana od datuma navedenih u st. 1. i 2. ovog člana.

**Član 23**

Danom stupanja na snagu ovog pravilnika prestaje da važi Pravilnik o detergentima ("Službeni glasnik RS", br. 40/10 i 5/12).

**Član 24**

Ovaj pravilnik stupa na snagu osmog dana od dana objavljivanja u "Službenom glasniku Republike Srbije".

**Prilog 1**

**METODE ISPITIVANJA BIORAZGRADLJIVOSTI ZA SURFAKTANTE U DETERGENTIMA**

Deo 1A. Metode ispitivanja potpune aerobne biorazgradljivosti (mineralizacije) za surfaktante u detergentima

A. Referentna metoda za laboratorijsko određivanje potpune aerobne biorazgradljivosti surfaktanata usaglašena je sa standardom SRPS EN ISO 14593 (ispitivanje parne faze CO2).

Nivo potpune aerobne biorazgradivosti određuje se prema jednoj od 5**1** metoda koje su date u posebnom propisu kojim se uređuju metode ispitivanja svojstva hemikalija, i to:

1) Standard SRPS EN ISO 14593 - Kvalitet vode - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - Metoda određivanja neorganskog ugljenika u hermetičkim posudama (ispitivanje parne faze CO2). Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se princip utvrđivanja biorazgradljivosti prema kome se prati period od 10 dana nakon dostizanja 10% razgradnje (u daljem tekstu: desetodnevni period);

2) Metoda C.4-C. - SRPS EN ISO 9439 - Kvalitet vode - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - Ispitivanje razvijanjem ugljendioksida. [Ugljendioksid (CO2), Modifikovani Sturm test]: Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period;

3) Metoda C.4-E. - SRPS EN ISO 10707 - Kvalitet vode - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - Metoda određivanja biohemijske potrošnje kiseonika (metoda zatvorene boce). Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period;

4) Metoda C.4-D. - SRPS EN ISO 9408 - Kvalitet vode - Procena potpune aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini određivanjem potrošnje kiseonika u zatvorenom respirometru. Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period;

5) Metoda C.4-F. [MITI: Ministarstvo međunarodne trgovine i industrije - Japan]: Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period.

B. U zavisnosti od fizičkih svojstava surfaktanata za određivanje potpune aerobne biorazgradljivosti može se primeniti jedna od navedenih metoda**2** uz odgovarajuće obrazloženje. Treba napomenuti da kriterijum od najmanje 70% razgradljivosti kod upotrebe ovih metoda treba smatrati ekvivalentnim kriterijumu od najmanje 60% razgradljivosti za referetne metode navedene u tački A Dela 1A. ovog priloga:

1) Metoda C.4-A.- SRPS EN ISO 7827 - Kvalitet vode - Procena "potpune" aerobne biorazgradljivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini - Metoda određivanja rastvorenog organskog ugljenika (DOC). Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period. Nivo biorazgradljivosti određivane ovom metodom mora biti najmanje 70% za 28 dana;

2) Metoda C.4-V.- [Modifikovana OECD metoda - Rastvorni organski ugljenik - (do nestajanja)]: Bez pred-adaptacije. Ne primenjuje se desetodnevni period. Nivo biorazgradljivosti određivane ovom metodom mora biti najmanje 70% za 28 dana.

\_\_\_\_\_\_  
**1** *Ovih 5 metoda identifikovane su kao najpodesnije za surfaktante.*  
**2** *Metode rastvornog organskog ugljenika mogu davati promenljive rezultate koji se ne odnose samo na potpunu biorazgradljivost. Metoda C.4-D i Metoda C.4-F ne mogu se primenjivati za svaki uzorak jer velika početna koncentracija može biti inhibirajuća.*

Deo 1B. Metode ispitivanja primarne biorazgradljivosti za surfaktante u detergentima

Referetna metoda za laboratorijsko određivanje primarne biorazgradljivosti surfaktanta data je u tački 1. Dela 1V. ovog priloga, a usaglašena je sa standardom SRPS EN ISO 11733 Kvalitet vode - Određivanje obima eliminacije i biorazgradivosti organskih jedinjenja u vodenoj sredini. Ispitivanje simulacijom aktivnog mulja.

Primarna biorazgradljivost meri se određivanjem sadržaja preostalog surfaktanta u biorazgrađenom likvoru. Za svaku vrstu surfaktanta primenjuju se specifične analitičke metode, i to:

**1) Analitičke metode za anjonske surfaktante**

Anjonski surfaktanti određuju se analizom metilensko plavo aktivna supstanca (Methylene Blue Active Substance - MBAS). Za anjonske surfaktante koji ne reaguju sa MBAS, ili kada je podesnije, u cilju poboljšanja efikasnosti ispitivanja ili dobijanja preciznijih podataka, primenjuju se odgovarajuće specifične metode instrumentalne analize, kao što su visoko efikasna tečna hromatografija (high performance liquid chromatography - HPLC) ili gasna hromatografija (gas chromatography - GC);

**2) Analitičke metode za nejonske surfaktante**

Nejonski surfaktanti određuju se analizom bizmut aktivna supstanca (Bismuth Active Substance - BiAS). Za nejonske surfaktante koji ne reaguju sa reagensom BiAS, ili kada je podesnije, u cilju poboljšanja efikasnosti ispitivanja ili dobijanja preciznijih podataka, primenjuju se odgovarajuće specifične metode instrumentalne analize, kao što su visoko efikasna tečna hromatografija (high performance liquid chromatography - HPLC) ili gasna hromatografija (gas chromatography - GC);

**3) Analitičke metode za katjonske surfaktante**

Katjonski surfaktanti određuju se analizom disulfinsko plavo aktivna supstanca (Disulfine Blue Active Substance - DBAS). Ova metoda data je u standardu SRPS H.Z1.308 Kvalitet vode - određivanje katjonskih surfaktanata merenjem indeksa disulfinskog plavog.

Za katjonske surfaktante koji ne reaguju sa reagensom DBAS, ili kada je podesnije, u cilju poboljšanja efikasnosti ispitivanja ili dobijanja preciznijih podataka, primenjuju se odgovarajuće specifične metode instrumentalne analize, kao što su visoko efikasna tečna hromatografija (high performance liquid chromatography - HPLC) ili gasna hromatografija (gas chromatography - GC);

**4) Analitičke metode za amfoterne surfaktante**

Amfoterni surfaktanti određuju se analizom DBAS kada u likvoru nema katjona. Ukoliko su u likvoru prisutni katjoni koristi se metoda Oranž II.

Za amfoterne surfaktante koji ne daju reakciju prema navedenim metodama, ili kada je podesnije, u cilju poboljšanja efikasnosti ispitivanja ili dobijanja preciznijih podataka, primenjuju se odgovarajuće specifične metode instrumentalne analize, kao što su visoko efikasna tečna hromatografija (high performance liquid chromatography - HPLC) ili gasna hromatografija (gas chromatography - GC).

Deo 1V. Metode ispitivanja i analitičke metode

**1. Referentna metoda za laboratorijsko određivanje primarne biorazgradljivosti surfaktanta**

*1.1. Uvod*

Ova metoda opisuje laboratorijski model aktivnog mulja i sekundarnog taložnika koji je napravljen tako da simulira tretman komunalnih otpadnih voda. Prilikom primene ove metode mogu se koristiti poboljšani operativni uslovi ove metode opisani u SRPS EN ISO 11733.

*1.2. Oprema potrebna za ispitivanje*

Za sprovođenje ove metode koristi se malo postrojenje sa aktivnim muljem čija je šema data na Slici 1 dok je precizan prikaz ovog postrojenja dat na Slici 2. Postrojenje se sastoji od: posude za sintetičku otpadnu vodu (A), uređaja za doziranje (B), posude za aeraciju (C), taložnika (D), pumpe za aeraciju kojom se reciklira aktivni mulj (E) i posude za sakupljanje tretiranog efluenta (F).

Posude (A) i (F) moraju biti od stakla ili odgovarajućeg plastičnog materijala i zapremine najmanje 24 litra. Uređaj za doziranje (B) mora da omogući konstantan protok sintetičke otpadne vode u posudi za aeraciju (E) koja tokom normalnog rada sadrži tri litra tečnosti. Sinterovani uvodnik za vazduh (G) nalazi se na najnižoj tački posude (C). Količina vazduha koja se ubacuje kroz pumpu za aeraciju (E) prati se preko merača protoka (H).

*1.3. Sintetička otpadna voda*

Na litar vode sa česme dodaje se:

1) 160 mg peptona;

2) 110 mg ekstrakta mesa;

3) 30 mg uree CO(NH2)2;

4) 7 mg natrijum-hlorida NaCl;

5) 4 mg kalcijum-hlorida CaCl2×2H2O;

6) 2 mg magnezijum-sulfata MgSO4×7H2O;

7) 28 mg di-kalijum-hidrogenfosfata, K2 HPO4;

8) 10 ± 1 mg surfaktanta.

Sintetička otpadna voda mora biti sveže pripremljena za svaki eksperiment.

*1.4. Priprema uzorka*

Uzorak surfaktanta koji se ispituje mora biti u onakvom obliku u kakvom se koristi u detergentu, ali ne može biti pomešan sa drugim sastojcima detergenta. Za pripremu odgovarajuće sintetičke otpadne vode potrebno je odrediti aktivni sadržaj surfaktanta u uzorku.

*1.5. Postupak*

Napuni se posuda za aeraciju (C) i taložnik (D) sintetičkom otpadnom vodom. Taložnik (D) treba postaviti tako da zapremina sadržaja u posudi (C) iznosi tri litra. Inokulira se sa 3 ml sekundarnog efluenta dobrog kvaliteta, sveže sakupljenog iz postrojenja za tretman pretežno komunalne otpadne vode. Efluent se, između uzorkovanja i primene, mora čuvati pod aerobnim uslovima. Nakon toga aktivira se sinterovani uvodnik za vazduh (G), pumpa za aeraciju (E) i uređaj za doziranje (B). Sintetička otpadna voda propušta se kroz posudu za aeraciju (C) sa protokom od jednog litra po satu tako da je prosečno retenciono vreme tri sata. Aeraciju treba regulisati tako da se sadržaj posude za aeraciju (C), konstantno održava u suspenziji i da sadržaj rastvorenog kiseonika bude najmanje 2 mg/l. Penušanje sadržaja posude za aeraciju (C) se sprečava odgovarajućim sredstvima. Ne smeju se koristiti sredstva protiv stvaranja pene koja inhibiraju aktivni mulj ili sadrže surfaktante. Pumpa za aeraciju (E) mora biti podešena tako da se aktivni mulj iz taložnika kontinualno reciklira u posudu za aeraciju (C). Mulj koji se može sakupljati na vrhu posude (C), na dnu taložnika (D) ili bilo gde u procesu cirkulacije mora biti vraćen u cirkulaciju, najmanje jednom dnevno, četkanjem ili nekim drugim odgovarajućim sredstvom. Taloženje mulja može se poboljšati dodavanjem 2 ml 5% rastvora gvožđe(III)-hlorida.

Efluent iz taložnika (D) se sakuplja u posudi (F) u toku 24 sata. Uzorak se uzima nakon dobrog mešanja. Posuda (F) se mora pažljivo čistiti.

*1.6. Provera merne opreme*

Sadržaj surfanktanta (u mg/l) u sintetičkoj otpadnoj vodi određuje se neposredno pre upotrebe. Sadržaj surfaktanta (u mg/l) u efluentu koji je sakupljen u toku 24 sata u posudi (F), određuje se uvek istom analitičkom metodom, neposredno nakon sakupljanja. Kada se određivanje ne vrši neposredno nakon sakupljanja uzorak se mora zaštititi, najbolje zamrzavanjem. Koncentracije se određuju sa tačnošću od 0,1 mg/l surfaktanta.

Radi provere efikasnosti procesa određuje se hemijska potrošnja kiseonika (chemical oxygen demand - COD) ili rastvoreni organski ugljenik (dissolved organic carbon-DOC) u efluentu sakupljenom u posudi (F) i profiltriranom kroz staklena vlakna i u filtriranoj sintetičkoj otpadnoj vode iz posude (A). Provera efikasnosti vrši se najmanje dva puta nedeljno.

Smanjenje nivoa COD ili DOC bi se moralo ustaliti, kada je dostignuta približno ujednačena dnevna razgradnja surfaktanta na kraju procesa uvođenja i prilagođavanja (period A na Slici 3).

Sadržaj suve materije (u g/l) u aktivnom mulju u posudi za aeraciju (C) određuje se dva puta nedeljno. Ako je količina suve materije veća od 2,5 g/l, višak aktivnog mulja mora se odstraniti.

Određivanje razgradnje vrši se na sobnoj temperaturi, koja mora biti ustaljena i u opsegu od 19 do 24°C.

*1.7. Izračunavanje biorazgradljivosti*

Procenat razgradnje surfaktanta računa se svaki dan na osnovu sadržaja surfaktanata (mg/l) u sintetičkoj otpadnoj vodi i dobijenog efluenta sakupljenog u posudi (F).

Dobijene vrednosti razgradnje predstavljaju se grafički kao na Slici 3.

Razgradnja surfaktanta računa se kao aritmetička sredina vrednosti dobijenih tokom dvadeset jednog dana (na Slici 3 označen kao period B), nakon perioda uvođenja i prilagođavanja (na Slici 3 označen kao period A). U toku perioda od 21 dan (period B) razgradnja se u postrojenju odvija pravilno i ujednačeno.

U svakom slučaju, trajanje perioda uvođenja i prilagođavanja (period A) ne može biti duži od šest nedelja.

Vrednosti dnevne razgradnje se računaju približno na 0,1%, ali konačni rezultati se daju kao najbliži ceo broj.

U nekim slučajevima može se smanjiti učestalost uzorkovanja, ali se, pri izračunavanju srednje vrednosti, mora koristiti najmanje 14 rezultata dobijenih u periodu od 21 dan.

**2. Određivanje anjonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti**

*2.1. Uvod*

Metoda je zasnovana na činjenici da katjonska boja metilensko plavo (MBAS) gradi plavo obojene soli sa anjonskim surfaktantima koje mogu biti ekstrahovane hloroformom. Radi otklanjanja smetnji najpre se vrši ekstrakcija iz alkalnog rastvora i ekstrakt se zatim promućka sa kiselim rastvorom metilenskog plavog. Apsorbanca izdvojene organske faze meri se fotometrijski na talasnoj dužini 650 nm (maksimum apsorpcije).

*2.2. Reagensi i oprema*

Reagensi i oprema koji se koriste za određivanje anjonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti su:

2.2.1. Puferski rastvor pH 10;

24g natrijum-hidrogenkarbonata (natrijum-bikarbonat) (NaHCO3) AR i 27 g bezvodnog natrijum-karbonata (Na2CO3) AR, rastvori se u dejonizovanoj vodi i dopuni do 1000 ml dejonizovanom vodom.

2.2.2. Neutralni rastvor metilenskog plavog;

0,350 g metilenskog plavog AR rastvori se u dejonizovanoj vodi i dopuni dejonizovanom vodom do 1000 ml. Rastvor se pravi najmanje 24 sata pre upotrebe. Apsorbanca slepe hloroformske probe ne sme prelaziti 0,015 po 1 cm debljine sloja na 650 nm.

2.2.3. Kiseli rastvor metilenskog plavog;

0,350 g metilenskog plavog rastvori se u 500 ml dejonizovane vode i pomeša sa 6,5 ml H2SO4 (d=1,84 g/ml) i dopuni dejonizovanom vodom do 1000 ml. Rastvor se pravi najmanje 24 sata pre upotrebe. Apsorbanca slepe hloroformske probe ne sme prelaziti 0,015 po 1cm debljine sloja na 650 nm.

2.2.4. Hloroform (trihlorometan) AR, destilovan neposredno pre korišćenja;

2.2.5. Metil estar dodecil benzen sulfonske kiseline;

2.2.6. Etanolni rastvor kalijum-hidroksida KOH, 0,1 M;

2.2.7. Etanol, čist, C2H5OH;

2.2.8. Sumporna kiselina, H2SO4 0,5 M;

2.2.9. Rastvor fenolftaleina: 1g fenolftaleina rastvori se u 50 ml etanola i doda 50 ml dejonizovane vode uz stalno mešanje. Nastali talog odstranjuje se filtriranjem;

2.2.10. Metanolni rastvor hlorovodonične kiseline: 250 ml hlorovodonične kiseline i 750 ml metanola;

2.2.11. Levak za odvajanje zapremine 250 ml;

2.2.12. Normalni sudovi zapremine 50 ml, 500 ml i 1000 ml;

2.2.13. Balon za destilaciju sa okruglim dnom zapremine 250 ml, stakleni čep i povratni kondenzator, granule za ključanje;

2.2.14. pH metar;

2.2.15. Spektrofotometar za merenje na 650 nm, sa kivetama od 1 cm do 5 cm;

2.2.16. Kvalitativni filter papir.

*2.3. Postupak*

Uzorci za analizu ne uzimaju se iz sloja pene.

Posle ispiranja vodom, oprema koja se koristi za analize mora biti temeljno isprana metanolnim rastvorom hlorovodonične kiseline (2.2.10) i dejonizovanom vodom neposredno pre korišćenja.

Uzorci influenta i efluenta iz postrojenja aktivnog mulja filtriraju se odmah nakon uzorkovanja, a prvih 100 ml filtrata se odbacuje.

U levak za odvajanje zapremine 250 ml prenosi se izmerena zapremina uzorka i po potrebi neutrališe. Odmerena zapremina uzorka treba da sadrži između 20 µg i 150 µg metilensko plavo aktivne supstance. Pri nižem sadržaju MBAS može se koristiti do 100 ml uzorka. Kada je odmerena zapremina manja od 100 ml, uzorak treba razblažiti dejonizovanom vodom do 100 ml. U uzorak se dodaje 10 ml rastvora pufera (2.2.1), 5 ml neutralnog rastvora metilenskog plavog (2.2.2) i 15 ml hloroforma (2.2.4). Smeša se ravnomerno i ne previše snažno mućka jedan minut. Posle razdvajanja slojeva, hloroformski sloj se prenosi u drugi levak za odvajanje u koji se dodaje 110 ml dejonizovane vode i 5 ml kiselog rastvora metilenskog plavog (2.2.3). Smeša se mućka jedan minut. Hloroformski sloj se filtrira u normalni sud kroz filter od pamučne vate, koji je prethodno očišćen i nakvašen hloroformom.

Alkalni i kiseli rastvori ekstrahuju se tri puta, koristeći 10 ml hloroforma za drugu i treću ekstrakciju. Spojeni hloroformski ekstrakti filtriraju se u normalni sud zapremine 50 ml kroz isti filter od pamučne vate i razblažuju do crte hloroformom korišćenim za ispiranje filtera. Meri se apsorbanca hloroformskog rastvora na 650 nm u kiveti od 1 cm do 5 cm u odnosu na hloroform. Slepa proba se određuje istim postupkom.

*2.4. Kalibraciona kriva*

Rastvor za kalibraciju priprema se od standardne supstance metil estra dodecilbenzensulfonske kiseline (tetrapropilen tip mol. mase 340) nakon saponifikacije u kalijumovu so.

MBAS se izračunava kao natrijum dodecilbenzensulfonat (mol. mase 348).

Mikropipetom se, u balon sa okruglim dnom, odmeri 400-450 mg metil estra dodecilsulfonske kiseline sa tačnošću 0,1 ml, doda se 50 ml etanolnog rastvora kalijum-hidroksida i nekoliko granula za ključanje. Postavi se povratni kondenzator i smeša se ostavi da ključa jedan sat. Nakon hlađenja, kondenzator i šlif se isperu sa oko 30 ml etanola koji se sjedini sa sadržajem balona. Rastvor se titruje sumpornom kiselinom, uz fenolftalein kao indikator, do obezbojenja. Titrovani rastvor prebaci se u normalni sud zapremine 1000 ml, razblaži dejonizovanom vodom do crte i promeša.

Deo ovog osnovnog standardnog rastvora surfaktanta dalje se razblažuje. Odmeri se 25 ml ovog rastvora i prebaci u normalan sud zapremine 500 ml, razblaži vodom do crte i promeša.

Ovaj standardni rastvor sadrži:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | E x 1,023 mg MBAS (u ml), |  |
|  | 20 000 |  |

gde je E masa uzorka u mg.

Za pripremu kalibracione krive odmerava se 1 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml i 8 ml standardnog rastvora i razblaži do 100 ml dejonizovanom vodom. Dalje se sprovodi postupak dat u tački 2.3 uključujući i slepu probu.

*2.5. Izračunavanje rezultata*

Količina anjonskog surfaktanta (MBAS) u uzorku očitava se sa kalibracione krive. Sadržaj MBAS u uzorku izračunava se po jednačini:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | |  |  | | --- | --- | | mg MBAS x 1000 | = MABS mg/l | |  | V | |  |

gde je V = zapremina korišćenog uzorka izražena u ml.

Rezultati se izražavaju kao natrijum dodecilbenzen sulfonat (molekulska masa 348).

*2.6. Prikazivanje rezultata*

Izraziti rezultate kao MBAS mg/l sa tačnošću 0,1.

**3. Određivanje nejonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti**

*3.1. Uvod*

Surfaktanti se koncentruju i izoluju ekstrakcijom uz pomoć gasa.

U korišćenom uzorku količina nejonskog surfaktanta treba da bude u opsegu od 250-800 µg. Tako odvojen surfaktant rastvara se u etil acetatu.

Nakon faze odvajanja i isparavanja rastvora nejonski surfaktant taloži se u vodenom rastvoru modifikovanim Dragendorfovim reagensom (KBiI4 + BaCl2 + glacijalna sirćetna kiselina).

Talog se odvaja filtriranjem, ispira glacijalnom sirćetnom kiselinom i na kraju rastvara u rastvoru amonijum-tartarata. Bizmut, u rastvoru, se titruje potenciometrijskom titracijom, rastvorom pirolidin ditiokarbamata, pH 4-5, koristeći platinsku indikatorsku elektrodu i kalomelovu referentnu elektrodu ili srebro/srebro-hlorid referentnu elektrodu. Metoda se može primeniti na nejonske surfaktante koje sadrže od 6 do 30 grupa alkilen oksida.

Rezultat titracije množi se empirijskim faktorom 54 radi konverzije u referentnu supstancu nonilfenol kondenzovan sa 10 mola etilen oksida (NP 10).

*3.2. Reagensi i oprema*

Reagensi koji se koriste za određivanje nejonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti pripremaju se sa dejonizovanom vodom.

Reagensi iz stava 1. ove tačke su:

3.2.1. Etil-acetat, čist, destilovan neposredno pre upotrebe;

3.2.2. Natrijum-bikarbonat, NaHCO3 AR;

3.2.3. Hlorovodična kiselina, razblažena (20 ml koncentrovane kiseline (HCl) razblažiti vodom do 1000 ml);

3.2.4. Metanol AR, destilovan neposredno pre upotrebe, u staklenoj boci;

3.2.5. Bromkrezol ljubičasto, 0,1 g u 100 ml metanola;

3.2.6. Sredstvo za taloženje:

Sredstvo za taloženje je smeša dva zapreminska dela rastvora A i jednog zapreminskog dela rastvora B. Smeša se čuva u tamnoj boci i može se koristiti najviše mesec dana nakon što se pripremi:

3.2.6.1. Rastvor A

1,7g bizmut-nitrata, BiONO3 x H2O AR, rastvara se u 20 ml glacijalne sirćetne kiseline i dopuni vodom do 100 ml. Zatim se 65 g kalijum-jodida AR rastvori u 200 ml vode. Ova dva rastvora pomešaju se u normalnom sudu zapremine 1000 ml, doda se 200 ml glacijalne sirćetne kiseline (3.2.7) i normalni sud dopuni vodom do 1000 ml.

3.2.6.2 Rastvor B

290 g barijum-hlorida, BaCl2 x 2H2O AR, rastvori se u 1000 ml vode.

3.2.7. Glacijalna sirćetna kiselina 99-100% (niže koncentracije nisu pogodne);

3.2.8. Rastvor amonijum-tartarata:

Pomeša se 12,4 g vinske kiseline AR i 12,4 ml rastvora amonijaka AR (d=0,910 g/ml) i dopuni vodom do 1000 ml (ili se upotrebi ekvivalentna količina amonijum-tartarata AR);

3.2.9. Razblažen rastvor amonijaka:

40 ml rastvora amonijaka AR (d=0,910g/ml) razblaži se vodom do 1000 ml;

3.2.10. Standardni acetatni pufer:

40 g čvrstog natrijum-hidroksida AR rastvori se u 500 ml vode u čaši i ostavi da se ohladi. U to se doda 120 ml glacijalne sirćetne kiseline (3.2.7), dobro promeša, ohladi i prebaci u normalni sud zapremine 1000 ml i dopuni vodom do crte;

3.2.11. Rastvor pirolidin ditiokarbamata (poznat kao "karbat rastvor"):

103 mg natrijum pirolidin ditiokarbamata, C5H8NNaS2 x 2H2O, rastvori se u oko 500 ml vode, doda se 10 ml n-amil alkohola AR i 0,5 g NaHCO3 AR i dopuni vodom do 1000 ml;

3.2.12. Rastvor bakar-sulfata (za standardizaciju reagensa iz tačke 3.2.11):

3.2.12.1 Osnovni rastvor

Odmeri se 1,249 g bakar-sulfata, CuSO4.x 5H2O AR, pomeša sa 50 ml 0,5 M sumporne kiseline i dopuni vodom do 1000 ml.

3.2.12.2 Standardni rastvor

Odmeri se 50 ml osnovnog rastvora, pomeša sa 10 ml 0,5 M H2SO4 i dopuni vodom do 1000 ml.

3.2.13. Natrijum-hlorid AR;

Oprema koja se koristi za određivanje nejonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti je:

3.2.14. Oprema za ekstrakciju uz pomoć gasa (Slika 5);

Prečnik sinterovane ploče mora biti jednak unutrašnjem prečniku cilindra.

3.2.15. Levak za odvajanje, 250 ml;

3.2.16. Magnetna mešalica sa magnetom 25-30 mm;

3.2.17. Guč za žarenje, prečnik perforiranog dna = 25 mm, tip G4;

3.2.18. Okrugli filter-papiri od staklenih vlakana, prečnika 27 mm s prečnikom vlakna 0,3-1,5 µm;

3.2.19. Dve boce za filtriranje zapremine 250 ml i 500 ml sa adapterima i gumenim kragnama;

3.2.20. Potenciometar koji beleži rezultate merenja, sa ugrađenom platinskom indikatorskom elektrodom i kalomelovom ili srebro/srebro-hlorid referentnom elektrodom, mernog opsega 250 mV, sa automatskom biretom zapremine 20-25 ml ili odgovarajućom ručnom opremom.

*3.3. Postupak*

Ovaj postupak sprovodi se u sledećim fazama

3.3.1. Koncentrovanje i izolovanje surfaktanta

Vodeni uzorak se filtrira kroz kvalitativni filtar-papir. Ukloni se prvih 100 ml filtrata. U opremu za ekstrakciju uz pomoć gasa, prethodno ispranu etil-acetatom, stavi se izmerena količina uzorka koja sadrži 250-800 µg nejonskog surfaktanta.

U to se doda 100 g natrijum-hlorida i 5 g natrijum-bikarbonata da bi se poboljšalo izolovanje surfaktanta. Ako zapremina uzorka prelazi 500 ml, ove soli se dodaju u čvrstom stanju i rastvaraju propuštanjem azota ili vazduha.

Ako je uzorak manji, soli se rastvore u 400 ml vode i prebace u opremu za ekstrakciju uz pomoć gasa. Voda se dodaje dok se nivo ne podigne do gornje slavine.

Površina vode se pažljivo prelije sa 100 ml etil-acetata. Boca za ispiranje u gasnoj cevi (za azot ili vazduh) napuni se etil acetatom do dve trećine.

Kroz opremu se propušta gas i to brzinom protoka od 30-60 l/h; preporučuje se upotreba merača protoka. U početku se brzina uvođenja vazduha postupno povećava. Brzina protoka se podešava tako da su faze i dalje vidljivo odvojene kako bi mešanje faza bilo što manje, a time i rastvaranje etil-acetata u vodi. Protok gasa se zaustavlja nakon pet minuta.

Ako se zapremina organske faze rastvaranjem u vodi smanji za više od 20%, postupak se mora ponoviti, a posebnu pažnju treba posvetiti brzini protoka gasa.

Organska faza se zatim ispusti u levak za odvajanje. Voda koja se tom prilikom ulije u levak za odvajanje (trebalo bi da je bude samo nekoliko ml) odvoji se i vrati u opremu za ekstrakciju. Faza etil-acetata filtrira se kroz suvi kvalitativni filter papir u bocu od 250 ml. U opremu za ekstrakciju uz pomoć gasa stavi se još 100 ml etil-acetata i ponovo se propušta azot ili vazduh dodatnih pet minuta. Ispusti se organska faza u prethodno korišćen levak za odvajanje, ukloni se vodena faza i propusti se organska faza kroz isti filter kao i prva količina etil-acetata. Levak za odvajanje i filter ispiraju se sa 20 ml etil-acetata.

Ekstrakt etil-acetata uparava se do suva na vodenom kupatilu. Preko površine ekstrakta usmeri se blago strujanje vazduha radi bržeg isparavanja.

3.3.2. Taloženje i filtriranje

Suvi ostatak preostao nakon uparavanja rastvori se u 5 ml metanola, doda 40 ml vode i 0,5 ml razblažene HCl (3.2.3). Smeša se meša na magnetnoj mešalici. Menzurom se odmeri 30 ml sredstva za taloženje (3.2.6) i doda tom rastvoru. Talog pada mešanjem. Nakon deset minuta mešanja, smeša se ostavi da odstoji najmanje pet minuta. Smeša se filtrira kroz Guč filter čije je dno prekriveno filter-papirom od staklenih vlakana. Filter se ispere sa približno 2 ml glacijalne sirćetne kiseline pod vakuumom. Zatim se erlenmajer, magnet i guč za žarenje dobro isperu sa oko 40-50 ml glacijalne sirćetne kiseline. Ostatak taloga na zidovima erlenmajera nije potrebno potpuno preneti na filter-papir jer se rastvor taloga za titriraciju vraća u erlenmajer gde se preostali talog rastvara.

3.3.3. Rastvaranje taloga

Talog sa filtera rastvara se dodavanjem 10 ml vrućeg rastvora amonijum-tartarata (oko 80°C) (3.2.8), ostavi se da stoji nekoliko minuta, zatim se rastvor usisa u vakuum-bocu za filtraciju. Ovaj postupak se ponavlja tri puta.

Sadržaj vakuum-boce prebacuje se u erlenmajer upotrebljen za taloženje. Zidovi erlenmajera se ispiraju sa još 20 ml rastvora amonijum-tartarata kako bi se rastvorio ostatak taloga.

Guč filter, adapter i vakuum-boca dobro se isperu sa 150-200 ml vode i voda od ispiranja se prenese u erlenmajer upotrebljen za taloženje.

3.3.4. Titracija

Rastvor se meša na magnetnoj mešalici (3.2.16), doda se nekoliko kapi brom krezol ljubičastog (3.2.5) i razblaženi rastvor amonijaka (3.2.9) sve dok rastvor ne postane ljubičast (rastvor je u početku blago kiseo od ostatka sirćetne kiseline za ispiranje). Zatim se dodaje 10 ml standardnog acetatnog pufera (3.2.10). U rastvor se urone elektrode i titruje se potenciometrijskim standardnim rastvorom pirolidin ditiokarbamata (3.2.11), pri čemu se vrh birete uroni u rastvor.

Brzina titracije ne sme biti veća od 2 ml/min.

Završna tačka titracije je presek tangenti dve grane potenciometrijske krive. Povremeno se može primetiti smanjenje zakrivljenosti potencijometrijske krive što se može otkloniti pažljivim čišćenjem (papirom za brušenje) platinske elektrode.

3.3.5. Slepa proba

Od faze taloženja i filtriranja (3.3.2) istovremeno prema istom postupku se radi slepa proba sa 5 ml metanola i 40 ml vode. Zapremina standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata (3.2.11) utrošena za titraciju slepe probe treba da bude manja od 1 ml. Ukoliko je ova zapremina veća reagensi (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10) nisu adekvatne čistoće, posebno im je povećan sadržaj teških metala. Ovi reagensi moraju se zameniti. Slepa proba se mora uzeti u obzir pri izračunavanju rezultata.

3.3.6. Provera faktora standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata

Faktor "f" za rastvor pirolidin ditiokarbamata određuje se na dan upotrebe. Da bi se odredio faktor "f" 10 ml rastvora bakar-sulfata (3.2.12) u koji se doda 100 ml vode i 10 ml standardnog acetatnog pufera (3.2.10) titruje se standardnim rastvorom pirolidin ditiokarbamata.

Ako je upotrebljena količina standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata **"a"** ml, faktor **"f"** iznosi: f = 10/a, i svi rezultati titracije množe se tim faktorom.

*3.4. Izračunavanje rezultata*

Svaki nejonski surfaktant ima svoj faktor u zavisnosti od sastava, posebno od dužine lanca alkenoksida. Koncentracija nejonskog surfaktanta izražava se u odnosu na standardnu supstancu - nonilfenol sa deset jedinica etilen oksida (NP 10), sa faktorom konverzije 0,054.

Primenom ovog faktora računa se količina surfaktanta sadržanog u uzorku, izražena u mg ekvivalenta NP 10:

(b-c) x f x 0,054 = mg nejonskog surfaktanta kao NP 10

pri čemu su:

b - zapremina standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata upotrebljena za titraciju uzorka (ml),

c - zapremina standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata upotrebljena za titraciju slepe probe (ml),

f - faktor standardnog rastvora pirolidin ditiokarbamata.

*3.5. Izražavanje rezultata*

Rezultati se izražavaju u mg/l kao NP 10 zaokruživanjem na 0,1.

**4. Priprema anjonskih surfaktanata koje treba ispitati**

*4.1. Uvod*

4.1.1. Obrada uzoraka

Anjonski surfaktanti i detergenti pre određivanja primarne biorazgradljivosti obrađuju se na sledeći način:

|  |  |
| --- | --- |
| Proizvodi | Obrada |
| anjonski surfaktanti | ne obrađuju se |
| detergenti koji sadrže surfaktante | alkoholna ekstrakcija, zatim izolovanje anjonskih surfaktanta jonskom izmenom |

Svrha alkoholne ekstrakcije je uklanjanje nerastvornih i neorganskih sastojaka detergenta kakav se stavlja na tržište, a koji mogu uticati na određivanje biorazgradljivosti.

4.1.2. Postupak jonske izmene

Zbog pravilnog određivanja biorazgradljivosti potrebno je izolovati i odvojiti anjonske surfaktante od sapuna, nejonskih i katjonskih surfaktanata. To se postiže tehnikom jonske izmene uz upotrebu makroporozne jonoizmenjivačke smole i odgovarajućih eluenata za frakciono eluiranje. Ovim postupkom sapuni, anjonski i nejonski surfaktanti izoluju se odjednom.

4.1.3. Analitička kontrola

Koncentracija anjonskih surfaktanata u sintetičkim detergentima određuje se nakon homogenizovanja, analitičkom metodom za MBAS. Sadržaj sapuna određuje se odgovarajućom analitičkom metodom. Ova analiza služi za izračunavanje potrebnih količina za pripremu frakcija za ispitivanje biorazgradljivosti.

Za određivanje biorazgradljivosti dovoljno je ekstrahovati više od 80% anjonskih surfaktanata. U praksi se obično dobije 90% ili više.

*4.2. Princip metode*

Iz homogenog uzorka (praška, ostatka nakon sušenja detergenata koji su u obliku paste ili tečnosti) dobija se etanolni ekstrakt koji sadrži surfaktante, sapun i druge sastojke uzorka sintetičkog detergenta rastvorne u alkoholu. Etanolni ekstrakt se uparava do suvog ostatka koji se rastvori u smeši izopropanol/voda, a dobijeni rastvor, zagrejan na 50°C, propusti se kroz kombinaciju veoma kiselog katjonskog jonoizmenjivača i makroporoznog anjonskog jonoizmenjivača. Ova temperatura je potrebna da bi se sprečilo taloženje masnih kiselina koje se mogu pojaviti u kiseloj sredini. Svi nejonski surfaktanti ostaju u efluentu. Masne kiseline sapuna odvajaju se ekstrakcijom etanolom koji sadrži CO2. Anjonski surfaktanti se zatim dobijaju u obliku amonijumove soli, eluiranjem pomoću rastvora amonijum-bikarbonata u smeši izopropanola i vode. Dobijene amonijumove soli se koriste za ispitivanje biorazgradljivosti. Katjonski surfaktanti koji mogu uticati na ispitivanje biorazgradljivosti, uklanjaju se pomoću katjonskog jonoizmenjivača postavljenog iznad anjonskog jonoizmenjivača.

*4.3. Reagensi i oprema*

Reagensi i oprema koji se koriste za pripremnu obradu anjonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti su:

4.3.1. Dejonizovana voda;

4.3.2. Etanol, 95%(v/v) C2H5OH (sredstva koja se mogu koristiti za denaturaciju su metiletilketon ili metanol);

4.3.3. Smeša izopropanol/voda (50/50 v/v):

1) 50 zapreminskih delova izopropanola, CH3CHOHCH3, i

2) 50 zapreminskih delova vode (4.3.1);

4.3.4. Rastvor ugljen dioksida u etanolu (oko 0,1% CO2):

Ugljen dioksid (CO2) se deset minuta propušta kroz etanol (4.3.2), pomoću dovodne cevi sa ugrađenim sinterovanim staklom; Ovaj rastvor koristi se samo sveže pripremljen;

4.3.5. Rastvor amonijum-bikarbonata (60/40 v/v):

0,3 mol NH4HCO3 rastvori se u 1000 ml smeše izopropanol/voda koja se sastoji od 60 zapreminskih delova izopropanola i 40 zapreminskih delova vode (4.3.1);

4.3.6. Katjonski jonoizmenjivač (KAT):

veoma kiseo, otporan na alkohol (50-100 mesh);

4.3.7. Anjonski jonoizmenjivač (AAT):

makroporozan, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) ili odgovarajući jonoizmenjivač drugog proizvođača;

4.3.8. Hlorovodična kiselina, 10% HCl (m/m);

4.3.9. Balon sa okruglim dnom zapremine 2000 ml sa staklenim čepom i povratnim kondenzatorom;

4.3.10. Usisni (vakuum) filter (koji se može zagrevati) prečnika 90 mm za filter-papir;

4.3.11. Vakuum boca zapremine 2000 ml;

4.3.12. Kolone za jonsku izmenu sa oblogom za zagrevanje i slavinom:

unutrašnja cev prečnika 60 mm, visine 450 mm (Slika 4);

4.3.13. Vodeno kupatilo;

4.3.14. Vakuum sušnica;

4.3.15. Termostat;

4.3.16. Rotacioni vakuum uparivač.

*4.4. Priprema ekstrakta i izolovanje anjonskih aktivnih agenasa*

4.4.1 Priprema ekstrakta

Potrebna količina surfaktanata za ispitivanje biorazgradljivosti iznosi 50 g MBAS.

Količina proizvoda koji se ekstrahuje obično ne prelazi 1000 g. Preporučuje se da se količina proizvoda koji služi za pripremu ekstrakata za ispitivanje biorazgradljivosti ograniči na 5000 g. Iskustvo je pokazalo da bolje rezultate daje višestruka ekstrakcija sa manjim količinama nego jedna ekstrakcija sa većom količinom rastvarača.

Naznačene količine jonoizmenjivača predviđene su za 600-700 mmola surfaktanata i sapuna.

4.4.2 Izolovanje sastojaka rastvornih u alkoholu

U 1250 ml etanola, doda se 250 g sintetičkog detergenta koji treba analizirati, smeša se zagreje do tačke ključanja i refluktuje sat vremena uz mešanje. Ovaj alkoholni rastvor se, dok je još vruć, brzo filtrira kroz vakuum filter sa širokim porama zagrejan na 50°C. Balon i vakuum filter ispiraju se sa 200 ml vrućeg etanola. Filtrat i tečnost od ispiranja sakuplja se u vakuum bocu.

Ako se analiziraju paste ili tečni detergenti, uzorak ne treba da sadrži više od 55 g anjonskog surfaktanta i 35 g sapuna. Odmereni uzorak upari se do suva. Suvi ostatak rastvori se u 2000 ml etanola i nastavi se po gore opisanom postupku.

Kod praškastog uzorka male gustine (< 300 g/l) preporučuje se da se udeo etanola poveća tako da iznosi 20:1. Etanolni filtrat se, na rotacionom vakuum uparivaču, upari do suvog ostatka. Postupak se ponovi ako je potrebna veća količina ekstrakta.

Suvi ostatak se rastvori u 5000 ml smeše izopropanol/voda.

4.4.3. Priprema kolona za jonsku izmenu:

Kolona za katjonsku izmenu

600 ml smole za katjonsku izmenu (4.3.6) stavi se u bocu zapremine 3000 ml i prelije sa 2000 ml hlorovodične kiseline (4.3.8). Ostavi se da odstoji najmanje dva sata uz povremeno mešanje.

Nakon toga, kiselina se odlije i smola se pomoću dejonizovane vode, prebaci u kolonu (4.3.12) u koju je prethodno stavljen komadić staklene vune. Kolona se eluira dejonizovanom vodom sa protokom od 10 do 30 ml/min. sve dok u eluatu više ne bude hlorida. Nakon toga eluira se sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (4.3.3), sa protokom od 10 do 30 ml/min. Ovako pripremljena kolona je spremna za korišćenje.

Kolona za anjonsku izmenu

600 ml smole za anjonsku izmenu (4.3.7) stavi se u bocu zapremine 3000 ml i prelije sa 2000 ml dejonizovane vode.

Smola se ostavi da bubri najmanje dva sata, a zatim se pomoću dejonizovane vode prebaci u kolonu u koju je prethodno stavljen komadić staklene vune.

Kolona se eluira sa oko 5000 ml 0,3 M rastvora amonijum-bikarbonata (4.3.5) sve dok u eluatu više ne bude hlorida.

Zatim se kolona ponovo eluira sa 2000 ml dejonizovane vode. Nakon toga eluira se sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (4.3.3), sa protokom od 10-30 ml/min. Ovako pripremljena kolona zasićena je hidroksilnim grupama i spremna je za korišćenje.

4.4.4. Postupak jonske izmene

Jonoizmenjivačke kolone se postave tako da se kolona za katjonsku izmenu nalazi iznad kolone za anjonsku izmenu. Jonoizmenjivačke kolone se zagreju na 50 °C što se reguliše termostatom.

5000 ml rastvora dobijenog po postupku iz tačke 4.4.2. zagreje se na 60°C i propusti kroz jonoizmenjivačke kolone uz protok od 20 ml/min. Kolone se eluiraju sa 1000 ml vruće smeše izopropanol/voda (4.3.3).

Za dobijanje anjonskih surfaktanata (MBAS) katjonska jonoizmenjivačka kolona KAT se odvoji. Pomoću 5000 ml rastvora etanol/CO2 pri 50°C (4.3.4) eluiraju se masne kiseline sapuna iz katjonske jonoizmenjivačke kolone. Eluat se baci. Zatim se MBAS eluiraju iz anjonske jonoizmenjivačke kolone AAT pomoću 5000 ml rastvora amonijum-bikarbonata (4.3.5.). Dobijeni eluat upari se na vodenom kupatilu ili u rotacionom vakuum uparivaču do suvog ostatka. Suvi ostatak sadrži MBAS (u obliku amonijum soli), a može da sadrži i anjonske supstance koje nisu surfaktanti i koji ne utiču na određivanje biorazgradljivosti. Ovom ostatku dodaje se dejonizovana voda do definisane zapremine i odredi sadržaj MBAS u alikvotu. Rastvor se koristi kao standardni rastvor anjonskih sintetičkih detergenata za određivanje biorazgradljivosti. Rastvor treba čuvati na temperaturi nižoj od 5°C.

4.4.5 Regeneracija jonoizmenjivačkih smola

Katjonski izmenjivač se nakon upotrebe baca.

Smola za anjonsku izmenu regeneriše se eluiranjem rastvorom amonijum-bikarbonata (4.3.5) uz protok od oko 10 ml/min sve dok u eluatu više ne bude anjonskih surfaktanata (test s metilenskim plavim). Zatim se anjonski izmenjivač eluira sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (4.3.3) i tada je opet spreman za upotrebu.

**5. Priprema nejonskih surfaktanata koje treba ispitati**

*5.1. Obrada uzoraka*

5.1.1 Nejonski surfaktanti i detergenti pre određivanja primarne biorazgradljivosti obrađuju se na sledeći način:

|  |  |
| --- | --- |
| Proizvodi | Obrada |
| nejonski surfaktanti | ne obrađuju se |
| detergenti koji sadrže surfaktante | alkoholna ekstrakcija, zatim izolovanje nejonskih surfaktanta jonskom izmenom |

Svrha alkoholne ekstrakcije je uklanjanje nerastvornih i neorganskih sastojaka detergenta koji mogu uticati na određivanje biorazgradljivosti.

5.1.2 Postupak jonske izmene

Izolovanje i odvajanje nejonskih surfaktanata od sapuna, anjonskih i katjonskih surfaktanata je neophodno za tačno određivanje biorazgradljivosti.

To se postiže postupkom jonske izmene uz korišćenje makroporozne smole i odgovarajućih sredstava za frakcionu eluaciju. Ovim postupkom se sapuni, anjonski i katjonski surfaktanti izoluju odjednom.

5.1.3 Analitička kontrola

Koncentracija anjonskih i nejonskih surfaktanata u detergentu određuje se nakon homogenizovanja, prema analitičkom postupku za MBAS i BiAS. Sadržaj sapuna određuje se odgovarajućom analitičkom metodom.

Ova analiza služi za izračunavanje potrebnih količina za pripremu frakcija za ispitivanje biorazgradljivosti.

Za određivanje biorazgradljivosti dovoljno je ekstrahovati više od 80% nejonskih surfaktanata. U praksi se obično se dobije 90% ili više.

*5.2. Princip metode*

Iz homogenog uzorka (praška, ostatka nakon sušenja detergenata koji su u obliku paste ili tečnosti) dobija se etanolni ekstrakt koji sadrži surfaktante, sapun i druge sastojke uzorka sintetičkog detergenta rastvorne u alkoholu. Etanolni ekstrakt se uparava do suvog ostatka koji se rastvori u smeši izopropanol/voda, a dobijeni rastvor, zagrejan na 50°C, propusti kroz kombinaciju veoma kiselog katjonskog jonoizmenjivača i makroporoznog anjonskog jonoizmenjivača. Ova temperatura je potrebna da bi se sprečilo taloženje masnih kiselina koje se mogu pojaviti u kiseloj sredini. Nejonski surfaktanti dobiju se uparavanjem otpadnog rastvora. Katjonski surfaktanti koji mogu uticati na ispitivanje biorazgradljivosti i analitički postupak, uklanjaju se pomoću katjonskog jonoizmenjivača postavljenog iznad anjonskog jonoizmenjivača.

*5.3. Reagensi i oprema*

Reagensi i oprema koji se koriste za pripremu nejonskih surfaktanata u testovima biorazgradljivosti su:

5.3.1. Dejonizovana voda;

5.3.2. Etanol, 95% (v/v) C2H5OH (sredstva koja se mogu koristiti za denaturaciju su metiletilketon ili metanol);

5.3.3. Smeša izopropanol/voda (50/50 v/v):

1) 50 zapreminskih delova izopropanola, CH3CHOHCH3, i

2) 50 zapreminskih delova vode (5.3.1);

5.3.4 Rastvor amonijum-bikarbonata (60/40 v/v):

0,3 mol NH4HCO3 rastvori se u 1000 ml smeše izopropanol/voda koja se sastoji od 60 zapreminskih delova izopropanola i 40 zapreminskih delova vode (5.3.1);

5.3.5. Katjonski jonoizmenjivač (KAT):

veoma kiseo, otporan na alkohol (50-100 mesh);

5.3.6. Anjonski jonoizmenjivač (AAT):

makroporozan, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) ili odgovarajući jonoizmenjivač drugog proizvođača;

5.3.7. Hlorovodična kiselina, 10% HCl (m/m);

5.3.8. Balon sa okruglim dnom zapremine 2000 ml sa staklenim čepom i povratnim kondenzatorom;

5.3.9. Usisni vakuum filter (koji se može zagrevati) prečnika 90 mm za filter-papir;

5.3.10. Vakuum boca zapremine 2000 ml;

5.3.11. Kolone za jonsku izmenu sa oblogom za zagrevanje i slavinom:

unutrašnja cev prečnika 60 mm, visine 450 mm (Slika 4);

5.3.12. Vodeno kupatilo;

5.3.13. Vakum sušnica;

5.3.14. Termostat;

5.3.15. Rotacioni vakuum uparivač.

*5.4. Priprema ekstrakta i izolovanje nejonski aktivnih agenasa*

5.4.1. Priprema ekstrakta

Potrebna količina surfaktanata za ispitivanje biorazgradljivosti iznosi oko 25 g BiAS.

Količina proizvoda potrebna za pripremu ekstrakta za određivanje biorazgradljivosti ne treba da bude veća od 2000 g. Ponekad je potrebno ponoviti postupak dva ili više puta da bi se dobila dovoljna količina supstance za određivanje biorazgradljivosti. Iskustvo je pokazalo da bolje rezultate daje višestruka ekstrakcija sa manjim količinama nego jedna ekstrakcija sa većom količinom rastvarača.

5.4.2 Izolovanje sastojaka rastvornih u alkoholu

U 1250 ml etanola doda se 250 g sintetičkog detergenta koji treba analizirati, smeša zagreje do tačke ključanja i refluktuje sat vremena uz mešanje. Vruć alkoholni rastvor se brzo filtrira kroz vakuum filter sa širokim porama zagrejan na 50°C. Balon i vakuum filter isperu se sa 200 ml vrućeg etanola. Filtrat i tečnost od ispiranja sakupljaju se u vakuum bocu.

Ako se analiziraju paste ili tečni detergenti, uzorak ne treba da sadrži više od 25 g anjonskog surfaktanta i 35 g sapuna. Odmereni uzorak upari se do suvog ostatka. Suvi ostatak se rastvori u 500 ml etanola i nastavi se po gore opisanom postupku. Kod praškastog uzorka male gustine (< 300 g/l) preporučuje se da se udeo etanola poveća tako da iznosi 20:1. Etanolni filtrat se, na rotacionom vakuum uparivaču, upari do suvog ostatka. Postupak se ponovi ako je potrebna veća količina ekstrakta.

Suvi ostatak se rastvori u 5000 ml smeše izopropanol/voda.

5.4.3 Priprema kolona za jonsku izmenu:

Kolona za katjonsku izmenu

600 ml smole za katjonsku izmenu (5.3.5) stavi se u bocu zapremine 3000 ml i preliti sa 2000 ml hlorovodične kiseline (5.3.7). Ostavi se da odstoji najmanje dva sata uz povremeno mešanje.

Nakon toga kiselina se odlije i smola, pomoću dejonizovane vode, prebaci u kolonu (5.3.12) u koju je prethodno stavljen komadić staklene vune. Eluirati kolonu dejonizovanom vodom sa protokom od 10 - 30 ml/min. sve dok u eluatu više ne bude hlorida. Nakon toga eluira se sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (5.3.3), čiji je protok od 10 - 30 ml/min. Ovako pripremljena kolona je spremna za korišćenje.

Kolona za anjonsku izmenu

600 ml smole za anjonsku izmenu (5.3.6) stavi se u bocu i preliti sa 2000 ml dejonizovane vode.

Smola se ostavi da bubri najmanje dva sata, a zatim se pomoću dejonizovane vode prebaci u kolonu u koju je prethodno stavljen komadić staklene vune.

Kolona se eluira sa oko 5000 ml 0,3 M rastvora amonijum bikarbonata (5.3.4) sve dok u eluatu više ne bude hlorida.

Zatim se kolona ponovo eluira sa 2000 ml dejonizovane vode. Nakon toga eluira se sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (5.3.3) sa protokom od 10-30 ml/min. Ovako pripremljena kolona zasićena je hidroksilnim grupama i spremna je za korišćenje.

5.4.4. Postupak jonske izmene

Jonoizmenjivačke kolone se postave tako da se kolona za katjonsku izmenu nalazi iznad kolone za anjonsku izmenu. Jonoizmenjivačke kolone se zagreju na 50 °C što se reguliše termostatom.

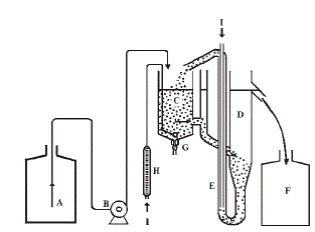
5000 ml rastvora dobijenog po postupku iz tačke 5.4.2. zagreje se na 60°C i propusti se rastvor kroz jonoizmenjivačke kolone uz protok od 20 ml/min. Kolone se eluiraju sa 1000 ml vruće smeše izopropanol/voda (5.3.3).

Za dobijanje nejonskih surfaktanata prikupi se filtrat i rastvor od ispiranja filtera, i na rotacionom vakum uparivaču upari do suvog. Suvi ostatak sadrži BiAS. Ovom rastvoru dodaje se dejonizovana voda do definisane zapremine i odredi sadržaj BiAS u alikvotu. Rastvor se koristi kao standardni rastvor nejonskih surfaktanata za određivanje bioragradljivosti. Rastvor treba čuvati na temperaturi nižoj od 5°C.

5.4.5. Regeneracija jonoizmenjivačkih smola

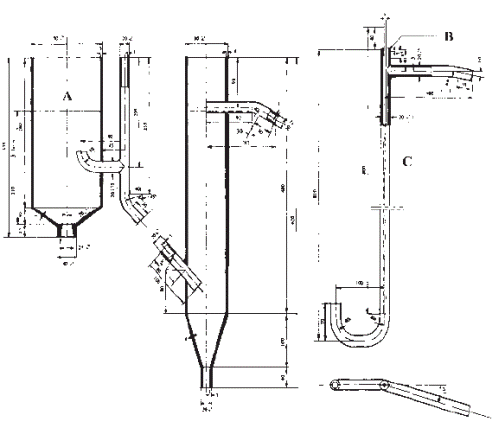
Katjonski izmenjivač se nakon upotrebe baca.

Smola za anjonsku izmenu regeneriše se eluiranjem sa oko 5000 ml - 6000 ml rastvora amonijum-bikarbonata (5.3.4) uz protok od oko 10 ml/min sve dok u eluatu više ne bude anjonskih surfaktanata (test s metilenskim plavim). Zatim se anjonski izmenjivač eluira sa 2000 ml smeše izopropanol/voda (5.3.3) i tada je opet spreman za upotrebu.



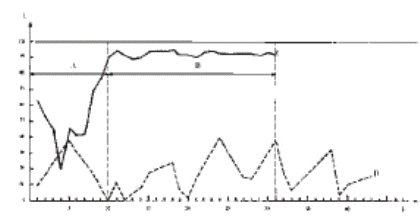
Slika 1 - Postrojenje sa aktivnim muljem - šematski prikaz

A - Posuda za čuvanje sintetičke otpadne vode  
B - Uređaj za doziranje  
C - Posuda za aeraciju  
D - Taložnik  
E - Pumpa za aeraciju  
F - Posuda za sakupljanje tretiranog efluenta  
G - Sinterovani uvodnik za vazduh  
H - Merač protoka vazduha  
I - Vazduh



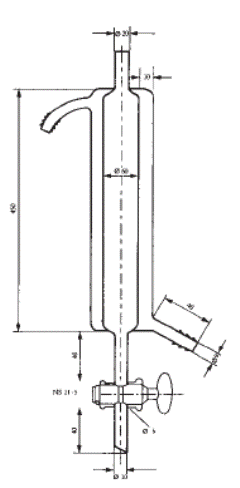
Slika 2 - Uređaj sa aktivnim muljem: detaljan prikaz

A - Nivo tečnosti  
B - Tvrdi PVC  
C - Staklo ili vodootporni plastični materijal (tvrdi PVC)

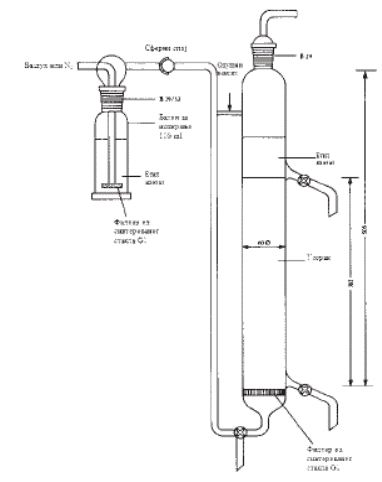


Slika 3 - Određivanje biorazgradljivosti - test za dokazivanje

A - Period uvođenja i prilagođavanja  
B - Period određivanja biorazgradljivosti (dvadeset i jedan dan)  
C - Lako biorazgradljiv surfaktant  
D - Teško biorazgradljiv surfaktant  
E - Biorazgradljivost (%)  
F - Vreme (broj dana)



Slika 4 - Kolona za jonsku izmenu sa oblogom za zagrevanje



Slika 5 - Oprema za ekstrakciju uz pomoć gasa

**Prilog 2**

**NAČIN OBELEŽAVANJA DETERGENTA**

Deo 1A. Sastav detergenta

Sastav detergenta mora biti naznačen na etiketi, odnosno ambalaži tako što se navodi svaki sastojak detergenta čija je koncentracija veća od 0,2%, i to navođenjem opsega masenog udela tog sastojka izraženog u procentima, i to:

1) manje od 5% (<5%);

2) od 5% do 15% (5-15%);

3) od 15% od 30% (15-30%);

4) 30% i više.

Pravilo iz stava 1. ovog priloga primenjuje se na sledeće supstance:

1) fosfati;

2) fosfonati (fosfiti);

3) anjonski surfaktanti;

4) katjonski surfaktanti;

5) amfoterni surfaktanti;

6) nejonski surfaktanti;

7) izbeljivači na bazi kiseonika;

8) izbeljivači na bazi hlora;

9) EDTA i njene soli;

10) NTA (nitrilo trisirćetna kiselina) i njene soli;

11) fenoli i halogenovani derivati fenola;

12) r-dihlorbenzen;

13) aromatični ugljovodonici;

14) alifatični ugljovodonici;

15) halogenovani ugljovodonici;

16) sapun;

17) zeoliti;

18) polikarboksilati.

Sastojci detergenta koji se moraju navesti na etiketi, odnosno ambalaži bez obzira na njihovu koncentraciju su:

1) enzimi;

2) dezinficijensi;

3) optička belila;

4) mirisi;

5) konzervansi.

Alergeni kao sastojci mirisa navode se na etiketi odnosno ambalaži detergenta, ako su dodati u koncentracijama koje prelaze 0,01%, a naziv alergena navodi se u skladu sa propisom kojim se uređuju kozmetički proizvodi.

Naziv konzervansa se navodi na etiketi, odnosno ambalaži u skladu sa propisom kojim se uređuju kozmetički proizvodi. Ako takav naziv nije dostupan, navodi se naziv kojim proizvođač raspolaže.

Deo 1B. Informacije i napomene o doziranju

Na etiketi, odnosno ambalaži detergenta za pranje veša za opštu upotrebu navode se sledeće informacije i napomene:

1) preporučene količine i/ili uputstva u kojima su navedene doze izražene u mililitrima ili gramima potrebnim za standardno punjenje u mašinama za pranje veša, za meku, srednje tvrdu i tvrdu kategoriju vode i sa podacima za jedan ili dva ciklusa pranja;

2) za univerzalne detergente - broj standardnih punjenja u mašinama za pranje veša za srednje zaprljan veš;

3) za detergente sa specifičnom namenom za osetljive tkanine - broj standardnih punjenja u mašinama za pranje veša za srednje zaprljan veš koji se može oprati sadržajem pakovanja uz upotrebu vode srednje tvrdoće (2,5 mmol CaCO3/l);

4) ako se u pakovanju nalazi merna posuda - njena zapremina se navodi u mililitrima ili gramima, a ta posuda mora imati oznake za određivanje doze detergenta za standardno punjenje u mašinama za pranje veša za meku, srednje tvrdu i tvrdu kategoriju vode.

Standardno punjenje u mašinama za pranje veša iznosi 4,5 kg suvog veša za univerzalne detergente i 2,5 kg suvog veša za detergente sa specifičnom namenom. Detergent se smatra univerzalnim detergentom, osim ako proizvođač preporuči potrebnu negu tkanine, tj. pranje na niskoj temperaturi, pranje osetljivih tkanina i pranje obojenih tkanina.

Na etiketi, odnosno amabalaži detergenta za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu navodi se informacija o:

1) standardnoj dozi detergenta izraženoj u gramima, odnosno mililitrima ili broju tableta za glavni ciklus pranja prosečno zaprljanog posuđa, pri punom kapacitetu mašine za 12 kompleta posuđa, za meku, srednje tvrdu i tvrdu kategoriju vode.

**Prilog 3**

**OGRANIČENJE SADRŽAJA FOSFATA I DRUGIH FOSFORNIH JEDINJENJA U DETERGENTIMA ZA PRANJE VEŠA I DETERGENTIMA ZA MAŠINSKO PRANJE POSUĐA ZA OPŠTU UPOTREBU**

|  |  |
| --- | --- |
| Detergent | Ograničenja i zabrane |
| 1. Detergenti za pranje veša za opštu upotrebu | Zabranjeno je stavljanje u promet detergenta, ako je ukupan sadržaj fosfora u detergentu jednak ili veći od 0,5 grama u preporučenoj količini detergenta koji se koristi u glavnom ciklusu procesa pranja pri standardnom punjenju mašine za pranje veša kao što je definisano u Delu 1B. Priloga 2 za vodu velike tvrdoće: 1) za srednje zaprljan veš u slučaju kada se koriste kao univerzalni detergenti; 2) za slabo zaprljan veš u slučaju kada se koriste kao detergenti za osetljive tkanine. |
| 2. Detergenti za mašinsko pranje posuđa za opštu upotrebu | Zabranjeno je stavljanje u promet detergenta, ako je ukupan sadržaj fosfora u detergentu jednak ili veći od 0,3 grama u standardnoj dozi definisanoj u Delu 1B. Priloga 2. |