Rat der
Europäischen Union

Brüssel, den 2. Mai 2023
(OR. en)

Interinstitutionelles Dossier:
2023/0124(COD)

8904/23
ADD 1

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

ÜBERMITTLUNGSVERMERK

Absender:	Frau Martine DEPREZ, Direktorin, im Auftrag der Generalsekretärin der Europäischen Kommission
Eingangsdatum:	28. April 2023
Empfänger:	Frau Thérèse BLANCHET, Generalsekretärin des Rates der Europäischen Union
Nr. Komm.dok.:	COM(2023) 217 final
Betr.:	ANHÄNGE des Vorschlags für eine Verordnung des Europäischen Parlaments und des Rates über Detergenzien und Tenside, zur Änderung der Verordnung (EU) 2019/1020 und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 648/2004

Die Delegationen erhalten in der Anlage das Dokument COM(2023) 217 final.

Anl.: COM(2023) 217 final

EUROPÄISCHE
KOMMISSION

Brüssel, den 28.4.2023
COM(2023) 217 final

ANNEXES 1 to 8

ANHÄNGE

des

Vorschlags für eine Verordnung des Europäischen Parlaments und des Rates

über Detergenzien und Tenside, zur Änderung der Verordnung (EU) 2019/1020 und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 648/2004

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

ANHANG I

ANFORDERUNGEN AN DIE BIOLOGISCHE ABBAUBARKEIT GEMÄß ARTIKEL 4

KRITERIEN FÜR DIE VOLLSTÄNDIGE BIOABBAUBARKEIT UND PRÜFMETHODEN FÜR TENSIDE UND TENSIDE IN DETERGENZIEN

1. Die Referenzmethode dieser Verordnung zur Laborprüfung der biologischen Endabbaubarkeit von Tensiden basiert auf der Norm EN ISO 14593: 1999 (CO_2-Headspace-Test)

2. Tenside und in Detergenzien enthaltene Tenside müssen gemäß den in Nummer 3 festgelegten Kriterien vollständig biologisch abbaubar sein.

3. Tenside und in Detergenzien enthaltene Tenside gelten als vollständig biologisch abbaubar, wenn sie eines der folgenden Kriterien erfüllen:

   (a) Die Rate der biologischen Abbaubarkeit (Mineralisierung) beträgt mindestens 60 % innerhalb von 28 Tagen, gemessen auf der Grundlage einer der nachstehenden Prüfmethoden:

      i) EN ISO 14593: 1999 – Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der vollständigen biologischen Abbaubarkeit organischer Substanzen im wässrigen Medium – Verfahren mittels Bestimmung des anorganischen Kohlenstoffs in geschlossenen Flaschen (CO_2-Headspace-Test);

      ii) Methode C.4-C Kohlendioxid-(CO_2)-Entwicklungstest (modifizierter Sturm-Test), beschrieben in Teil C Teil IV des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission[1];

      iii) Methode C.4-D, manometrischer Respirationstest, beschrieben in Teil C Teil V des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission;

      iv) Methode C.4-E, geschlossener Flaschentest, beschrieben in Teil C Teil VI des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission;

      v) Methode C.4-F, Ministerium für Außenhandel und Industrie, Japan (M.I.T.I.), beschrieben in Teil C Teil VII des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission;

      vi) ISO 10708: 1997 – Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der vollständigen aeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen in einem wässrigen Medium – Bestimmung des biochemischen Sauerstoffbedarfs mit dem geschlossenen Flaschentest in zwei Phasen.

---

[1] Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission vom 30. Mai 2008 zur Festlegung von Prüfmethoden gemäß der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 des Europäischen Parlaments und des Rates zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH) (ABl. L 142 vom 31.5.2008, S. 1).

(b) Die Rate der biologischen Abbaubarkeit (Mineralisierung) beträgt mindestens 70 % innerhalb von 28 Tagen, gemessen auf der Grundlage einer der nachstehenden Prüfmethoden:

i) Methode C.4-A, DOC Die-Away-Test – Abnahme von gelöstem organischem Kohlenstoff, beschrieben in Teil C Teil II des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission;

ii) Methode C.4-B, Modifizierter OECD-Screening-Test, beschrieben in Teil C Teil III des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 der Kommission.

Bei den unter den Buchstaben a und b genannten Prüfmethoden wird keine Voradaptation vorgenommen und der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ nicht angewendet.

4. Die unter Nummer 3 genannten Prüfungen werden von Labors durchgeführt, die eine der folgenden Bedingungen erfüllen:

(a) Die Labors halten die Grundsätze der Guten Laborpraxis gemäß der Richtlinie 2004/10/EG des Europäischen Parlaments und des Rates[2] oder als gleichwertig anerkannte internationale Normen ein;

(b) die Labors sind nach der Norm für Prüflabors gemäß der Verordnung (EG) Nr. 765/2008 akkreditiert.

[2] Richtlinie 2004/10/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 11. Februar 2004 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Anwendung der Grundsätze der Guten Laborpraxis und zur Kontrolle ihrer Anwendung bei Versuchen mit chemischen Stoffen (ABl. L 50 vom 20.2.2004, S. 44).

ANHANG II

ANFORDERUNGEN AN DETERGENZIEN, DIE MIKROORGANISMEN ENTHALTEN, GEMÄß ARTIKEL 5

1. Mikroorganismen, die Detergenzien absichtlich zugefügt werden, müssen die folgenden Bedingungen erfüllen:

   (a) Sie verfügen über eine Nummer der American Type Culture Collection (ATCC), sind Teil einer Sammlung der International Depository Authority (IDA) oder wurden einer DNA-Analyse gemäß einem „Protokoll zur taxonomischen Identifizierung auf Stammebene“ (unter Verwendung einer ribosomalen 16S-DNA-Sequenzierung oder eines gleichwertigen Verfahrens) unterzogen;

   (b) sie müssen in den beiden folgenden Listen aufgeführt sein:

      i) in der Risikogruppe I gemäß der Richtlinie 2000/54/EG – biologische Arbeitsstoffe bei der Arbeit;

      ii) im Verzeichnis der Mikroorganismen, bei denen die Methode der Qualifizierten Sicherheitsannahme (QPS) der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA) angewendet wird.

   Diese Nummer gilt nicht für Mikroorganismen, die Detergenzien, die zu Forschungs- und Entwicklungszwecken in Verkehr gebracht werden, absichtlich zugefügt werden.

2. Die nachstehend genannten pathogenen Mikroorganismen dürfen bei einem Screening mit den angegebenen Prüfmethoden oder einem gleichwertigem Verfahren in keinem der im Endprodukt enthaltenen Stämme vorhanden sein:

   (a) *E. coli*, Prüfmethode ISO 16649-3:2005,

   (b) *Streptococcus (Enterococcus)*, Prüfmethode ISO 21528-1:2004,

   (c) *Staphylococcus aureus*, Prüfmethode ISO 6888-1,

   (d) *Bacillus cereus*, Prüfmethode ISO 7932:2004 oder ISO 21871,

   (e) *Salmonella*, Prüfmethode ISO 6579:2002 oder ISO 19250.

3. Bei keinen der absichtlich zugefügten Mikroorganismen darf es sich um genetisch veränderte Mikroorganismen handeln.

4. Absichtlich zugefügte Mikroorganismen sind, mit Ausnahme der intrinsischen Resistenz, gemäß dem Plattendiffusionstest des Europäischen Ausschusses für die Untersuchung auf Antibiotikaempfindlichkeit (EUCAST) oder einem gleichwertigen Verfahren empfindlich gegenüber den fünf Antibiotika-Hauptklassen (Aminoglykoside, Makrolide, Beta-Lactam, Tetracyclin und Fluorchinolone).

5. Beim Inverkehrbringen müssen Detergenzien, die Mikroorganismen enthalten, in Übereinstimmung mit ISO 4833-1:2014 eine Standardkeimzahl $\geq 1 \times 10^5$ kolonienbildender Einheiten (KBE) pro ml haben.

6. Die Mindesthaltbarkeit des Detergens, das Mikroorganismen enthält, darf nicht unter 24 Monaten liegen und die Keimzahl darf in Übereinstimmung mit ISO 4833-1:2014 nicht um mehr als 10 % je Zwölfmonatsintervall abnehmen.

7. Mikroorganismen, die in Detergenzien enthalten sind, welche in Sprühform in Verkehr gebracht werden, müssen die Prüfung auf akute Inhalationstoxizität gemäß

der in Teil B des Anhangs der Verordnung (EG) Nr. 440/2008 beschriebenen Prüfmethode B.2 bestehen.

8. Detergenzien, die Mikroorganismen enthalten, dürfen nicht in Nachfüllform in Verkehr gebracht werden.

9. Alle Herstellerangaben zu den Wirkungen der im Produkt enthaltenen Mikroorganismen sind durch Tests unabhängiger Stellen zu belegen.

10. Weder auf dem Etikett noch auf andere Weise darf behauptet oder suggeriert werden, das Detergens habe eine antimikrobielle oder desinfizierende Wirkung, es sei denn, das Detergens entspricht der Verordnung (EU) Nr. 528/2012.

11. Die unter den Nummern 2, 5, 6, 7 und 9 genannten Prüfungen werden von Labors durchgeführt, die eine der folgenden Bedingungen erfüllen:

(a) Die Labors halten die Grundsätze der Guten Laborpraxis gemäß der Richtlinie 2004/10/EG des Europäischen Parlaments und des Rates[3] oder als gleichwertig anerkannte internationale Normen ein;

(b) die Labors sind nach der Norm für Prüflabors gemäß der Verordnung (EG) Nr. 765/2008 akkreditiert.

[3] Richtlinie 2004/10/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 11. Februar 2004 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Anwendung der Grundsätze der Guten Laborpraxis und zur Kontrolle ihrer Anwendung bei Versuchen mit chemischen Stoffen (ABl. L 50 vom 20.2.2004, S. 44).

ANHANG III

BEGRENZUNGEN DES GEHALTS AN PHOSPHATEN UND AN ANDEREN PHOSPHORVERBINDUNGEN WIE IN ARTIKEL 6 GENANNT

Detergens	Begrenzungen
Für den Verbraucher bestimmte Waschmittel	Dürfen nicht in Verkehr gebracht werden bei einem Gesamtphosphorgehalt von 0,5 Gramm oder mehr in der empfohlenen Menge für den Hauptwaschgang für eine normale Waschmaschinenfüllung gemäß Anhang V Teil B bei hartem Wasser: – für „normal verschmutzte“ Textilien bei Vollwaschmitteln; – für „leicht verschmutzte“ Textilien bei Feinwaschmitteln.
Für den Verbraucher bestimmte Maschinengeschirrspülmittel	Dürfen nicht in Verkehr gebracht werden bei einem Gesamtphosphorgehalt von 0,3 Gramm oder mehr in der Standarddosierung gemäß Anhang V Teil B.

ANHANG IV

KONFORMITÄTSBEWERTUNGSVERFAHREN NACH ARTIKEL 7 ABSATZ 2

Modul A – Internes Fertigungsprotokoll

1. Beschreibung des Moduls

Bei der internen Fertigungskontrolle handelt es sich um das Konformitätsbewertungsverfahren, mit dem der Hersteller die in den Nummern 2, 3 und 4 genannten Verpflichtungen erfüllt sowie gewährleistet und auf eigene Verantwortung erklärt, dass das Detergens bzw. Tensid den für sie geltenden Anforderungen dieser Verordnung genügt.

2. Technische Unterlagen

2.1. Der Hersteller erstellt die technischen Unterlagen. Anhand dieser Unterlagen muss es möglich sein, die Übereinstimmung des Detergens bzw. Tensids mit den betreffenden Anforderungen zu bewerten; sie müssen eine geeignete Risikoanalyse und -bewertung enthalten.

2.2. In den technischen Unterlagen sind die geltenden Anforderungen aufzuführen und die Konzeption, die Herstellung und die Zweckbestimmung des Detergens bzw. Tensids zu erfassen, soweit sie für die Bewertung von Belang sind. Die technischen Unterlagen enthalten gegebenenfalls mindestens Folgendes:

(a) eine allgemeine Beschreibung des Detergens bzw. Tensids und eine Beschreibung des Verwendungszwecks;

(b) die Prüfberichte zum Nachweis der Übereinstimmung mit Anhang I und gegebenenfalls mit den Anhängen II und III;

(c) ein Verzeichnis der Prüfmethoden, mit denen die Einhaltung der Anforderungen dieser Verordnung nachgewiesen wird;

(d) die Ergebnisse der Berechnungen und Prüfungen;

(e) ein Datenblatt über Inhaltsstoffe, das die folgenden Anforderungen erfüllt:

i) Es listet alle absichtlich zugefügten Stoffe und Konservierungsmittel auf, die in Anhang V Teil A aufgeführt sind;

ii) für jeden Inhaltsstoff sind die chemische oder IUPAC-Bezeichnung sowie, falls verfügbar, die INCI-Bezeichnung, die CAS-Nummer und die Bezeichnung im Europäischen Arzneibuch angegeben;

iii) alle Stoffe werden entsprechend ihrem Gewichtsanteil in absteigender Reihenfolge genannt; dabei wird das Verzeichnis in die nachstehenden Gewichtsanteile in Prozent eingeteilt:

(1) 10 % und darüber,

(2) 1 % und darüber, jedoch weniger als 10 %,

(3) 0,1 % und darüber, jedoch weniger als 1 %,

(4) unter 0,1 %.

Für die Zwecke des Buchstabens e gelten ein Parfüm, ein ätherisches Öl oder ein Farbstoff als ein einziger Bestandteil.

3. Herstellung

Der Hersteller trifft alle erforderlichen Maßnahmen, damit der Fertigungsprozess und seine Überwachung die Übereinstimmung des Detergens bzw. Tensids mit den in Nummer 2 genannten technischen Unterlagen und mit den für sie geltenden Anforderungen dieser Verordnung gewährleisten.

ANHANG V

KENNZEICHNUNGSANFORDERUNGEN

TEIL A – KENNZEICHNUNG DER INHALTSSTOFFE

Angaben, die auf den Etiketten von Detergenzien und Tensiden, die auf dem Markt bereitgestellt werden, enthalten sein müssen

1. Die Gewichtsprozentbereiche „weniger als 5 %“, „5 % oder mehr, aber weniger als 15 %“, „15 % oder mehr, aber weniger als 30 %“, „30 % und mehr“ werden zur Angabe des Gehalts an den unten aufgeführten Bestandteilen verwendet, falls sie in Konzentrationen über 0,2 Gewichtsprozent zugefügt sind:

   (a) Phosphate,

   (b) Phosphonate,

   (c) anionische Tenside,

   (d) kationische Tenside,

   (e) amphotere Tenside,

   (f) nichtionische Tenside,

   (g) Bleichmittel auf Sauerstoffbasis,

   (h) Bleichmittel auf Chlorbasis,

   (i) EDTA und dessen Salze,

   (j) NTA (Nitrilotriessigsäure) und deren Salze,

   (k) Phenole und Halogenphenole,

   (l) Paradichlorbenzol,

   (m) aromatische Kohlenwasserstoffe,

   (n) aliphatische Kohlenwasserstoffe,

   (o) halogenierte Kohlenwasserstoffe,

   (p) Seife,

   (q) Zeolithe,

   (r) Polycarboxylate.

2. Die folgenden Kategorien gegebenenfalls beigefügter Bestandteile sind unabhängig von ihrer Konzentration anzugeben:

   (a) Enzyme,

   (b) Mikroorganismen,

   (c) optische Aufheller,

   (d) Duftstoffe.

3. Konservierungsstoffe werden unabhängig von ihrer Konzentration aufgelistet, wobei nach Möglichkeit das in Artikel 33 der Verordnung (EG) Nr. 1223/2009 genannte System verwendet wird, sofern sie die folgenden Bedingungen erfüllen:

(a) Sie tragen zur Einstufung des Detergens als behandelte Ware im Sinne von Artikel 3 Absatz 1 Buchstabe l der Verordnung (EU) Nr. 528/2012 bei;

(b) sie sind auf einem Bestandteil des Detergens gekennzeichnet.

Die in Unterabsatz 1 Buchstabe b aufgeführte Bedingung muss nicht erfüllt werden, wenn die Konservierungsmittel die in Nummer 3.4.3.3 /Tabelle 3.4.6. des Anhangs I der Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 genannten Auslöseschwellen nicht überschreiten, oder wenn sie im Enderzeugnis keine Konservierungsfunktion mehr haben, auch nicht in Synergie mit anderen Konservierungsstoffen.

4. Werden allergene Duftstoffe, die in den Einträgen 45, 67–92 und [X] bis [X] des Anhangs III der Verordnung (EG) Nr. 1223/2009 aufgeführt sind, in Konzentrationen von mehr als 0,01 Gewichtsprozent beigefügt, so sind sie nach dem in Artikel 33 der genannten Verordnung genannten System zu kennzeichnen. Satz 1 gilt nicht für allergene Duftstoffe, die die Kennzeichnungsschwellenwerte der Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 erreichen.

5. Die unter den Nummern 1 bis 4 genannten Anforderungen gelten nicht für Detergenzien und Tenside für den professionellen Bereich, sofern in Abschnitt 15 des gemäß Artikel 31 der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 erstellten Sicherheitsdatenblatts gleichwertige Angaben wie die unter diesen Nummern geforderten enthalten sind.

6. Zusätzlich zu den unter den Nummern 1 bis 5 aufgeführten Angaben muss das Etikett von Detergenzien, die Mikroorganismen enthalten, folgende Angaben enthalten:

(a) eine Angabe oder einen Sicherheitshinweis, dass das Produkt nicht auf Oberflächen verwendet werden darf, die mit Lebensmitteln in Berührung kommen;

(b) eine Angabe zur Haltbarkeit des Produkts;

(c) Gebrauchsanweisungen oder gegebenenfalls besondere Vorsichtsmaßnahmen.

TEIL B – KENNZEICHNUNG IN BEZUG AUF DIE DOSIERUNG

Informationen, die auf dem Etikett von für den Verbraucher bestimmten Waschmitteln und Maschinengeschirrspülmitteln enthalten sein müssen

1. Das Etikett von für den Verbraucher bestimmten Waschmitteln muss die folgenden Informationen enthalten:

(a) die empfohlenen Mengen und/oder Dosierungsanleitung in Millilitern oder Gramm für eine normale Waschmaschinenfüllung bei den Wasserhärtegraden weich, mittel und hart und unter Berücksichtigung von ein oder zwei Waschgängen,

(b) bei Vollwaschmitteln die Zahl der normalen Waschmaschinenfüllungen bei „normal“ verschmutzten Textilien und bei Feinwaschmitteln die Zahl der normalen Waschmaschinenfüllungen bei „leicht“ verschmutzten Textilien, die mit dem Packungsinhalt bei mittlerem Wasserhärtegrad (2,5 mmol $CaCO_3$/l) gewaschen werden können,

(c) das Fassungsvermögen eines gegebenenfalls mitgelieferten Messbechers wird in Millilitern oder Gramm angegeben; der Messbecher ist mit Markierungen

versehen, die der Dosierung des Waschmittels für eine normale Waschmaschinenfüllung bei den Wasserhärtegraden weich, mittel und hart entsprechen.

2. Für die Zwecke von Nummer 1 ist unter einer normalen Waschmaschinenfüllung bei Vollwaschmitteln 4,5 kg Gewebe im Trockenzustand und bei Feinwaschmitteln 2,5 kg Gewebe im Trockenzustand zu verstehen. Ein Waschmittel ist als Vollwaschmittel anzusehen, sofern die Angaben des Herstellers nicht in erster Linie Aspekte der Gewebepflege betonen (d. h. Niedrigtemperaturwäsche, empfindliche Fasern und Farben).

3. Auf dem Etikett von für den Verbraucher bestimmten Maschinengeschirrspülmitteln muss die Standarddosierung in Gramm oder Millilitern oder Anzahl der Tabs für den Hauptwaschgang bei normal verschmutztem Geschirr in einer voll beladenen Geschirrspülmaschine für 12 Gedecke, erforderlichenfalls unter Angabe der Dosierung bei den Wasserhärtegraden weich, mittel und hart, angegeben sein.

TEIL C – DIGITALE KENNZEICHNUNG

Es ist zulässig, die folgenden in Teil A genannten Angaben zum Inhalt gemäß Artikel 16 Absatz 1 Unterabsatz 2 nur auf dem digitalen Etikett in der in diesem Teil angegebenen Weise zu machen:

(a) anionische Tenside,

(b) kationische Tenside,

(c) amphotere Tenside,

(d) nichtionische Tenside,

(e) Phosphate,

(f) Phosphonate,

(g) Seife.

TEIL D – VEREINFACHTE DOSIERUNGSANGABEN BEI FÜR DEN VERBRAUCHER BESTIMMTEN WASCHMITTELN

Das vereinfachte Dosierungsschema enthält die folgenden Angaben:

(a) grundlegende Gebrauchsanweisungen, soweit erforderlich;

(b) die empfohlenen Mengen bei mittlerer/durchschnittlicher Wasserhärte und unterschiedlichen Verschmutzungsgraden der Textilien und

(c) eine Angabe zur Waschmaschinenfüllung.

ANHANG VI

PRODUKTPASS

Der Produktpass muss die folgenden Informationen enthalten:

(a) die eindeutige Produktkennung des Detergens bzw. Tensids;

(b) den Namen und die Anschrift des Herstellers oder seines Bevollmächtigten sowie die eindeutige Kennung des Wirtschaftsakteurs für den Hersteller;

(c) die Angabe des Detergens bzw. Tensids, die die Rückverfolgbarkeit ermöglicht, einschließlich eines Farbbildes von ausreichender Klarheit, um die Identifizierung des Detergens bzw. Tensids zu ermöglichen;

(d) die Warennummer, in die das Detergens bzw. Tensid zum Zeitpunkt der Erstellung des Produktpasses gemäß der Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 des Rates[4] eingereiht wird;

(e) Verweise auf Rechtsakte der Union, die das Detergens bzw. Tensid erfüllt;

(f) eine vollständige Liste der Stoffe, die dem Detergens bzw. Tensid absichtlich zugefügt wurden, und der Konservierungsmittel, die gemäß Anhang V Teil A Nummer 3 Unterabsatz 1 Buchstabe b unter Verwendung der Internationalen Nomenklatur der kosmetischen Inhaltsstoffe oder, falls diese nicht verfügbar ist, der Bezeichnung des Europäischen Arzneibuchs und, falls auch diese nicht verfügbar ist, der chemischen Bezeichnung oder der Nomenklatur der Internationalen Union für reine und angewandte Chemie (International Union of Pure and Applied Chemistry – IUPAC) gekennzeichnet sind.

Die unter Buchstabe f genannte Verpflichtung gilt nicht für Detergenzien für den professionellen Bereich und Tenside für Detergenzien für den professionellen Bereich, für die ein Sicherheitsdatenblatt gemäß Artikel 31 der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 vorliegt.

---

[4] Verordnung (EWG) Nr. 2658/87 des Rates vom 23. Juli 1987 über die zolltarifliche und statistische Nomenklatur sowie den Gemeinsamen Zolltarif (ABl. L 256 vom 7.9.1987, S. 1).

ANHANG VII

PRÜFMETHODEN GEMÄß ARTIKEL 22 ABSATZ 2

1. REFERENZMETHODE (BESTÄTIGUNGSTEST)

1.1. Definition

Gegenstand dieser Methode ist ein Labormodell einer Belebtschlammanlage und eines Nachklärbeckens als Simulation der kommunalen Abwasserbehandlung. Auf diese Prüfmethode können verbesserte Bedingungen nach dem neuesten Stand der Technik gemäß EN ISO 11733 angewendet werden.

1.2. Erforderliche Ausrüstung

Die Messung erfolgt unter Verwendung einer Belebtschlammanlage, die in Abbildung 1 schematisch und in Abbildung 2 ausführlicher dargestellt ist. Die Ausrüstung besteht aus einem Vorratsgefäß A für die synthetischen Abwässer, einer Dosierpumpe B, einem Belüftungsgefäß C, einem Absetzgefäß D, einer Druckluftpumpe E für den Belebtschlammrücklauf und einem Sammelgefäß F für das ablaufende behandelte Abwasser.

Die Gefäße A und F müssen aus Glas oder geeignetem Kunststoff bestehen und mindestens vierundzwanzig Liter fassen. Die Pumpe B muss einen gleichmäßigen Zufluss des synthetischen Abwassers zum Belüftungsgefäß gewährleisten; im normalen Betrieb enthält dieses Gefäß drei Liter Mischflüssigkeit. Im Gefäß C ist in der Spitze des konisch geformten Gefäßbodens eine Glasfilterfritte G zur Belüftung aufgehängt. Die Menge der durch die Fritte eingeblasenen Luft muss mit einem Mengenmessgerät H gemessen werden.

1.3. Synthetisches Abwasser

Zur Durchführung des Tests ist ein synthetisches Abwasser zu verwenden. Hierzu werden pro Liter Trinkwasser gelöst:

- 160 mg Pepton,
- 110 mg Fleischextrakt,
- 30 mg Harnstoff, $CO(NH_2)_2$,
- 7 mg Natriumchlorid, NaCl,
- 4 mg Calciumchlorid, $CaCl_2.2H_2O$,
- 2 mg Magnesiumsulfat, $MgSO_4.7H_2O$,
- 28 mg Dikaliumhydrogenphosphat, K_2HPO_4
- und 10 ± 1 mg des Tensids.

Das synthetische Abwasser wird täglich frisch hergestellt.

1.4. Herstellung der Proben

Unvermischte Tenside werden ohne Vorbehandlung getestet. Zur Herstellung des synthetischen Abwassers (Nummer 1.3) muss der aktive Gehalt der Tensidproben bestimmt werden.

1.5. Betrieb der Prüfeinrichtung

Zu Beginn des Tests werden das Belüftungsgefäß C sowie das Absetzgefäß D mit synthetischem Abwasser gefüllt. Das Absetzgefäß D wird in der Höhe so fixiert, dass das Belüftungsgefäß C drei Liter aufnimmt. Die Impfung erfolgt mit 3 ml eines Kläranlagenablaufs guter Qualität, der frisch dem Ablauf einer biologischen Kläranlage für vorwiegend häusliches Abwasser entnommen wird. Die Ablaufprobe muss von der Entnahme bis zur Verwendung unter aeroben Bedingungen gehalten werden. Dann sind die Luftzufuhr G, die Druckluftpumpe E und die Dosierpumpe B einzuschalten. Der Zulauf des synthetischen Abwassers in das Belüftungsgefäß C muss einen Liter je Stunde betragen, was einer durchschnittlichen Aufenthaltszeit von drei Stunden entspricht.

Die Luftzufuhr ist so einzustellen, dass der Inhalt des Belüftungsgefäßes C ständig in Suspension verbleibt und ein Mindestgehalt an gelöstem Sauerstoff von 2 mg/l aufrechterhalten wird. Schaumbildung ist durch geeignete Maßnahmen zu verhindern. Jedoch dürfen keine Entschäumer verwendet werden, die eine hemmende Wirkung auf den Belebtschlamm ausüben oder Tenside enthalten. Die Pumpe E muss so eingestellt sein, dass stets ein gleichmäßiger Rücklauf von Belebtschlamm aus dem Absetzgefäß D zum Belüftungsgefäß C erfolgt. Der im oberen Teil des Belüftungsgefäßes C, am Boden des Absetzgefäßes D oder in der Rücklaufleitung sich ansammelnde Schlamm muss mindestens einmal täglich durch Bürsten oder durch andere geeignete Maßnahmen in den Umlauf zurückgebracht werden. Wenn der Schlamm sich nicht absetzt, kann sein Absetzverhalten durch gegebenenfalls wiederholte Zugabe von je 2 ml einer 5%igen Eisen(III)chloridlösung verbessert werden.

Das aus dem Absetzgefäß D abfließende Wasser wird in dem Sammelgefäß F während vierundzwanzig Stunden aufgefangen; nach Ablauf dieser Zeit wird nach gründlichem Durchmischen eine Probe entnommen. Anschließend ist das Sammelgefäß F sorgfältig zu reinigen.

1.6. Überwachung der Messanordnung

Der Tensidgehalt des synthetischen Abwassers (in mg/l) wird unmittelbar vor dem Gebrauch bestimmt.

Der Tensidgehalt (in mg/l) des im Sammelgefäß F während vierundzwanzig Stunden aufgefangenen Ablaufs wird analytisch nach derselben Methode unmittelbar nach der Probenahme bestimmt; ist dies nicht möglich, muss die Probe konserviert werden (vorzugsweise durch Einfrieren). Die Konzentration ist auf 0,1 mg/l Tensid genau zu bestimmen.

Zur Überwachung des einwandfreien Betriebs der Messanordnung wird mindestens zweimal wöchentlich der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) oder der gelöste organische Kohlenstoff (DOC) des glasfasergefilterten Abwassers im Sammelgefäß F und des gefilterten synthetischen Abwassers im Vorratsgefäß A gemessen.

Nach Erreichen eines pro Tag nahezu gleich bleibenden biologischen Abbaus des Tensids, d. h. nach Ende der Einarbeitungszeit gemäß Abbildung 3, sollte die Verringerung des CSB oder DOC weitgehend stetig verlaufen.

Der Trockensubstanzgehalt des Belebtschlamms in g/l im Belüftungsgefäß ist zweimal wöchentlich zu ermitteln. Ist er größer als 2,5 g/l, so ist der Überschuss an Belebtschlamm zu entfernen.

Der Abbautest wird bei Raumtemperatur durchgeführt; diese sollte im Bereich zwischen 19 und 24 °C annähernd gleich bleiben.

1.7. Berechnung der biologischen Abbaubarkeit

Der biologische Abbau des Tensids in Prozenten ist täglich aus dem Tensidgehalt in mg/l des synthetischen Abwassers und des im entsprechenden Sammelgefäß F gesammelten Ablaufs zu errechnen.

Die so erhaltenen Abbaubarkeitswerte werden entsprechend Abbildung 3 grafisch dargestellt.

Die Abbaubarkeit des Tensids ist als arithmetisches Mittel aus den Abbauwerten zu berechnen, die nach dem Ende der Einlauf- und Akklimatisierungszeit an einundzwanzig aufeinander folgenden Tagen bei gleich bleibendem Abbau in störungsfreiem Betrieb ermittelt wurden. In keinem Fall soll die Einlaufzeit länger als sechs Wochen dauern.

Die täglichen biologischen Abbauwerte werden bis auf 0,1 % genau berechnet; das Endergebnis ist jedoch auf ganze Zahlen auf- bzw. abzurunden.

In manchen Fällen kann die Häufigkeit der Probenahmen beschränkt werden, jedoch sind zur Ermittlung des Mittelwerts mindestens vierzehn Ergebnisse zu verwenden, die innerhalb von einundzwanzig Tagen nach der Einlaufzeit erhalten wurden.

2. BESTIMMUNG ANIONISCHER TENSIDE IN PRÜFUNGEN ZUR BIOLOGISCHEN ABBAUBARKEIT

2.1. Grundsatz

Das Verfahren beruht auf der Tatsache, dass der kationische Farbstoff Methylenblau mit anionischen Tensiden (MBAS) blaue Salze bildet, die mit Chloroform extrahiert werden können. Zur Vermeidung von Störungen erfolgt die Extraktion zuerst aus alkalischer Lösung; sodann wird der Extrakt mit saurer Methylenblaulösung geschüttelt. Die Extinktion der abgetrennten organischen Phase wird fotometrisch im Absorptionsmaximum bei einer Wellenlänge von 650 nm gemessen.

2.2. Chemikalien und Geräte

2.2.1. Pufferlösung pH 10

24 g Natriumhydrogencarbonat ($NaHCO_3$) p.a. und 27 g wasserfreies Natriumcarbonat (Na_2CO_3) p.a. in entionisiertem Wasser lösen und auf 1000 ml verdünnen.

2.2.2. Neutrale Methylenblaulösung

0,35 g Methylenblau p.a. in entionisiertem Wasser lösen und auf 1000 ml verdünnen. Diese Lösung mindestens vierundzwanzig Stunden vor Gebrauch zubereiten. Die Extinktion der Chloroformphase der Blindprobe darf gegenüber reinem Chloroform bei 650 nm 0,015 je cm Schichtdicke nicht übersteigen.

2.2.3. Saure Methylenblaulösung

0,35 g Methylenblau p.a. in 500 ml entionisiertem Wasser auflösen und mit 6,5 ml H_2SO_4 (D = 1,84 g/ml) mischen. Mit entionisiertem Wasser auf 1000 ml verdünnen. Diese Lösung mindestens vierundzwanzig Stunden vor Gebrauch zubereiten. Die Extinktion der Chloroformphase der Blindprobe darf gegenüber reinem Chloroform bei 650 nm 0,015 je cm Schichtdicke nicht übersteigen.

2.2.4. Chloroform (Trichlormethan) p.a. (frisch destilliert)

2.2.5. Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester

2.2.6. Ethanolische Kaliumhydroxidlösung (KOH 0,1 M)

2.2.7. Ethanol, rein, C_2H_5OH

2.2.8. Schwefelsäure, H_2SO_4 0,5 M

2.2.9. Phenolphthaleinlösung

1 g Phenolphthalein in 50 ml Ethanol und 50 ml entionisiertem Wasser unter ständigem Umrühren lösen. Jedweden Niederschlag abfiltrieren.

2.2.10. Methanolische Salzsäure: 250 ml Salzsäure p.a. und 750 ml Methanol

2.2.11. Scheidetrichter, 250 ml

2.2.12. Messkolben, 50 ml

2.2.13. Messkolben, 500 ml

2.2.14. Messkolben, 1000 ml

2.2.15. Rundkolben mit Schliff und Rückflusskühler, 250 ml; Siedeperlen

2.2.16. pH-Meter

2.2.17. Fotometer für Messungen bei 650 nm mit 1- bis 5-cm-Küvetten

2.2.18. Grobporiges Filterpapier

2.3. Verfahren

Die Analyseproben dürfen nicht durch eine Schaumschicht entnommen werden.

Nach eingehender Reinigung mit Wasser sind die Analysegeräte vor Verwendung gründlich mit methanolischer Salzsäure (Nummer 2.2.10) und anschließend mit entionisiertem Wasser zu spülen.

Proben des zu prüfenden Zu- und Abflusses der Belebtschlammanlage bei der Probeentnahme sofort filtrieren. Die ersten 100 ml des Filtrats werden verworfen.

Eine abgemessene Probemenge, gegebenenfalls nach Neutralisierung, in einen 250-ml-Scheidetrichter (Nummer 2.2.11) geben. Die Probemenge sollte 20 bis 150 g MBAS enthalten. Bei niedrigerem MBAS-Gehalt können bis zu 100 ml Probe benutzt werden. Werden weniger als 100 ml verwendet, so ist mit entionisiertem Wasser auf 100 ml zu verdünnen. 10 ml Pufferlösung (Nummer 2.2.1), 5 ml neutrale Methylenblaulösung (Nummer 2.2.2) und 15 ml Chloroform (Nummer 2.2.4) zur Probe hinzufügen. Gemisch eine Minute gleichmäßig und nicht zu stark schütteln. Nach Phasentrennung Chloroformschicht in einen zweiten Trenntrichter geben, der 110 ml entionisiertes Wasser und 5 ml saure Methylenblaulösung (Nummer 2.2.3) enthält. Gemisch eine Minute schütteln. Chloroformschicht durch ein vorher mit Chloroform gewaschenes und benetztes Wattefilter in einen Messkolben (Nummer 2.2.12) geben.

Alkalische und saure Lösungen dreimal extrahieren, wobei bei der zweiten und dritten Extraktion je 10 ml Chloroform zu verwenden sind. Kombinierte Chloroformextrakte durch dasselbe Wattefilter filtrieren und bis zur Marke des 50-ml-Kolbens (Nummer 2.2.12) mit dem zum Nachwaschen der Watte benutzten Chloroform verdünnen. Extinktion der Chloroformlösung gegenüber Chloroform bei

650 nm in 1- bis 5-cm-Küvetten messen. Das ganze Verfahren mit einem Blindversuch durchführen.

2.4. Eichkurve

Aus der Standardsubstanz Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester (Tetrapropylen-Typ, MG 340) nach Verseifung zum Kaliumsalz eine Eichlösung herstellen. Die MBAS wird als Natriumdodecylbenzolsulfonat (MG 348) berechnet.

Mit einer Messpipette 400 bis 450 mg Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester (Nummer 2.2.5) auf 0,1 mg genau in einen Rundkolben einwiegen und 50 ml ethanolische Kaliumhydroxidlösung (Nummer 2.2.6) und einige Siedeperlen hinzugeben. Rückflusskühler anbringen und eine Stunde lang kochen. Nach Abkühlung Kühler und Schliff mit 30 ml Ethanol waschen und die Waschfluessigkeit zum Kolbeninhalt hinzugeben. Lösung mit Schwefelsäure gegenüber Phenolphthalein bis zur Farblosigkeit titrieren. Diese Lösung in einen 1000-ml-Messkolben (Nummer 2.2.14) umgießen, bis zur Marke mit entionisiertem Wasser nachfüllen und mischen.

Ein Teil dieser Tensid-Stammlösung ist dann weiter zu verdünnen. 25 ml entnehmen, in einen 500-ml-Messkolben (Nummer 2.2.13) geben, mit entionisiertem Wasser bis zur Marke nachfüllen und mischen.

Diese Standardlösung enthält:

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

wobei E das Gewicht der Probe in mg bedeutet.

Zur Festlegung der Eichkurve sind je 1, 2, 4, 6 und 8 ml Standardlösung zu entnehmen und mit entionisiertem Wasser auf jeweils 100 ml zu verdünnen. Anschließend wie in Nummer 2.3 beschrieben (einschließlich des Blindtests) verfahren.

2.5. Berechnung der Ergebnisse

Der Gehalt an anionischen Tensiden (MBAS) in der Probe wird aus der Eichkurve (Nummer 2.4) abgelesen. Der MBAS-Gehalt der Probe ergibt sich aus:

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

dabei ist V = ml Volumen der benutzten Probe.

Die Ergebnisse sind als Natriumdodecylbenzolsulfonat (MG 348) anzugeben.

2.6. Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse sind in mg/l MBAS auf 0,1 genau anzugeben.

3. PRÜFUNGEN ZUR BIOLOGISCHEN ABBAUBARKEIT: BESTIMMUNG NICHTIONISCHER TENSIDE IN PRÜFFLÜSSIGKEITEN

3.1. Grundsatz

Grenzflächenaktive Substanzen werden konzentriert und durch Ausblasen abgetrennt. In der eingesetzten Probemenge sollte der Gehalt an nichtionischen Tensiden im Bereich zwischen 250 und 800 g liegen.

Das ausgeblasene Tensid wird in Ethylacetat gelöst.

Nach Phasentrennung und Eindampfen des Lösungsmittels wird das nichtionische Tensid in wässriger Lösung mit modifiziertem Dragendorffschen Reagens ($KBiI_4$ + $BaCl_2$ + Eisessig) gefällt.

Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Eisessig gewaschen und in Ammoniumtartratlösung gelöst. Das in Lösung befindliche Bismut wird bei pH 4–5 mit Pyrrolidindithiocarbamatlösung unter Verwendung einer blanken Platinindikatorelektrode und einer Kalomel- oder Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode potenziometrisch titriert. Die Methode ist auf nichtionische Tenside mit 6–30 Alkylenoxidgruppen anwendbar.

Das Titrationsergebnis wird mit dem empirischen Eichfaktor 54 zur Umrechnung auf die Bezugssubstanz Nonylphenol mit 10 Molen Ethylenoxid (NP 10) multipliziert.

3.2. Chemikalien und Geräte

Alle wässrigen Lösungen sind mit entionisiertem Wasser herzustellen.

3.2.1. Reines Ethylacetat, frisch destilliert

3.2.2. Natriumhydrogencarbonat ($NaHCO_3$) p.a.

3.2.3. Verdünnte Salzsäure (HCl) [20 ml konzentrierte Salzsäure p.a., mit Wasser auf 1000 ml auffüllen]

3.2.4. Methanol p.a., frisch destilliert, in Glasflaschen aufbewahrt

3.2.5. Bromkresolpurpur, 0,1 g in 100 ml Methanol

3.2.6. Fällungsreagenz: Das Fällungsreagenz ist eine Mischung von 2 Volumenteilen der Lösung A und 1 Volumenteil der Lösung B. Die Mischung ist in einer braunen Flasche aufzubewahren und bis zu einer Woche haltbar.

3.2.6.1. Lösung A

1,7 g Bismut(III)nitrat p.a. ($BiONO_3.H_2O$) werden in 20 ml Eisessig gelöst und mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Dann werden 65 g Kaliumiodid p.a. in 200 ml Wasser gelöst. Diese beiden Lösungen werden in einem 1000-ml-Messkolben gemischt, 200 ml Eisessig (Nummer 3.2.7) hinzugefügt und mit Wasser bis zur 1000-ml-Marke aufgefüllt.

3.2.6.2. Lösung B

290 g Bariumchlorid ($BaCl_2.2H_2O$) p.a. werden in 1000 ml Wasser gelöst.

3.2.7. Eisessig, 99–100%ig (Essigsäure geringerer Konzentration ist ungeeignet).

3.2.8. Ammoniumtartratlösung: 12,4 g Weinsäure p.a. und 12,4 ml Ammoniaklösung p.a. (d = 0,910 g/ml) werden gemischt und mit Wasser auf 1000 ml aufgefüllt (oder eine gleiche Menge von Ammoniumtartrat p.a. verwenden).

3.2.9. Ammoniaklösung: 40 ml Ammoniaklösung p.a. (d = 0,910 g/ml) werden mit 1000 ml Wasser verdünnt.

3.2.10. Standardacetatpufferlösung: 40 g Natriumhydroxid p.a. werden in ein Becherglas gegeben, mit etwa 500 ml Wasser gelöst und abgekühlt. Dann werden 120 ml Eisessig (Nummer 3.2.7) zugefügt. Nach gründlichem Mischen und Abkühlen wird die Lösung in einen 1000-ml-Messkolben umgefüllt. Man füllt mit Wasser bis zur Marke auf.

3.2.11. Pyrrolidindithiocarbamatlösung (nachstehend „Carbatlösung“ genannt): Man löst 103 mg Pyrrolidindithiocarbonsäure-Natriumsalz ($C_5H_8NNaS_2.2H_2O$) in etwa 500 ml Wasser, gibt 10 ml n-Amylalkohol p.a. und 0,5 g Natriumhydrogencarbonat p.a. ($NaHCO_3$) hinzu und füllt mit Wasser auf 1000 ml auf.

3.2.12. Kupfersulfatlösung (für die Eichung der Lösung von Nummer 3.2.11).

STAMMLÖSUNG

1,249 g Kupfersulfat p.a. ($CuSO_4.5H_2O$) werden mit 50 ml 0,5 M Schwefelsäure gemischt und zu 1000 ml mit Wasser aufgefüllt.

STANDARDLÖSUNG

50 ml der Stammlösung und 10 ml 0,5 M H_2SO_4 werden gemischt und mit Wasser zu 1000 ml aufgefüllt.

3.2.13. Natriumchlorid p.a.

3.2.14. Tensid-Ausblasegerät (siehe Abbildung 5) Der Durchmesser der Glasfilterfritte und der Innendurchmesser des Zylinders müssen gleich groß sein.

3.2.15. Trenntrichter, 250 ml

3.2.16. Magnetrührwerk mit Magnetstab 25–30 mm

3.2.17. Goochtiegel, Durchmesser des perforierten Bodens 25 mm, Typ G4

3.2.18. Rundfilter aus Glasfaserpapier, Durchmesser 27 mm, Faserdurchmesser 0,3–1,5 µm.

3.2.19. Zwei Saugflaschen mit Anschlussstutzen und Gummimanschette, Inhalt je 250 und 500 ml.

3.2.20. Registrierendes Potenziometer mit einer blanken Platinindikatorelektrode und einer Kalomel- oder Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode, Messbereich 250 mV, mit automatischer Bürette von 20–25 ml Inhalt oder alternativ eine entsprechende manuelle Einrichtung.

3.3. Verfahren

3.3.1. Anreicherung und Isolierung des Tendids

Die wässrige Probe wird durch ein grobporiges Filter filtriert. Die ersten 100 ml des Filtrats werden verworfen.

In das zuvor mit Ethylacetat durchgespülte Ausblasegerät wird eine abgemessene Probemenge gegeben, die zu 250 bis 800 g nichtionische Tenside enthalten soll.

Zur Verbesserung des Trenneffekts werden 100 g Natriumchlorid und 5 g Natriumhydrogencarbonat hinzugegeben.

Überschreitet das Probevolumen 500 ml, so werden diese Salze in fester Form in das Ausblasegerät gegeben und unter Durchleiten von Stickstoff oder Luft gelöst.

Kommt ein geringeres Probevolumen zur Anwendung, werden diese Salze in etwa 400 ml Wasser gelöst und dann zugegeben.

Mit Wasser bis zum oberen Ablasshahn auffüllen.

Über die wässrige Phase werden vorsichtig 100 ml Ethylacetat aufgegeben.

Die Waschflasche in der Gasstromzuleitung (Stickstoff oder Luft) wird zu etwa zwei Dritteln mit Ethylacetat gefüllt.

Man leitet einen Gasstrom von 30 bis 60 l je Stunde durch die Apparatur; die Verwendung eines Strömungsmessers ist zu empfehlen. Der Gasdurchsatz wird anfangs schrittweise erhöht. Die Gasmenge muss so bemessen sein, dass die Phasen erkennbar getrennt bleiben und eine Vermischung der Phasen und ein Auflösen des Ethylacetats im Wasser möglichst vermieden wird. Nach fünf Minuten wird der Gasstrom abgestellt.

Ist das Volumen der organischen Phase durch Lösen in Wasser um mehr als 20 % vermindert worden, so ist das Ausblasen unter Verringerung des Gasdurchsatzes zu wiederholen.

Die organische Phase wird in einen Scheidetrichter abgelassen. Die im Scheidetrichter gegebenenfalls abgesetzte wässrige Phase – es sollten nur wenige ml sein – wird in das Ausblasegerät zurückgegeben. Die Ethylacetat-Phase wird durch ein trockenes, grobporiges Filterpapier in ein 250-ml-Becherglas filtriert.

Man gibt erneut 100 ml Ethylacetat in das Ausblasegerät und leitet weitere fünf Minuten lang Stickstoff oder Luft hindurch. Die organische Phase wird in den bereits bei der ersten Abtrennung benutzten Scheidetrichter abgelassen. Die wässrige Phase wird verworfen und die organische Phase über das gleiche Filter wie die erste Ethylacetatmenge gegeben. Scheidetrichter und Filter werden mit 20 ml Ethylacetat nachgespült.

Der Ethylacetat-Extrakt wird unter Verwendung eines Wasserbads unter dem Abzug bis zur Trockne eingedampft. Zur Beschleunigung der Verdunstung wird auf die Oberfläche der Lösung ein leichter Luftstrom gerichtet.

3.3.2. Fällen und Filtrieren

Der nach Nummer 3.3.1 erhaltene Trockenrückstand wird in 5 ml Methanol gelöst, dann werden 40 ml Wasser und 0,5 ml verdünnte Salzsäure (Nummer 3.2.3) hinzugegeben und die Lösung mit einem Magnetrührer durchgerührt.

In diese Lösung gibt man aus einem Messzylinder 30 ml Fällungsreagenz (Nummer 3.2.6) hinzu. Der Niederschlag bildet sich bei fortgesetztem Rühren. Nach zehnminütigem Rühren wird die Mischung für mindestens fünf Minuten stehen gelassen.

Danach filtriert man die Mischung durch einen Gooch-Tiegel, dessen Boden mit einem Glasfaser-Filterpapier belegt ist. Das Filter wird zuvor mit etwa 2 ml Eisessig angefeuchtet und dabei angesaugt. Becherglas, Magnetstab und Tiegel werden gründlich mit Eisessig nachgewaschen, wozu etwa 40 bis 50 ml notwendig sind. Es

ist nicht erforderlich, den am Becherglas fest anhaftenden Niederschlag quantitativ auf das Filter zu bringen, da die Lösung des Niederschlags vor der Filtration wieder in das Fällungs-Becherglas gegeben und der verbleibende Niederschlag dann gelöst wird.

3.3.3. Lösen des Niederschlags

Der Niederschlag im Filtertiegel wird durch Zugabe von heißer Ammoniumtartratlösung (etwa 80 °C) (Nummer 3.2.8) in drei Portionen von je 10 ml gelöst. Jede Portion wird einige Minuten im Filtertiegel stehen gelassen, bevor sie durch das Filter in die Flasche abgesaugt wird.

Der Inhalt der Saugflasche wird in das Fällungs-Becherglas gegeben. Die Wand des Becherglases wird mit weiteren 20 ml Ammoniumtartratlösung gespült, um den Rest des Niederschlags zu lösen.

Filtertiegel, Anschlussstutzen und Saugflasche werden gründlich mit 150 bis 200 ml Wasser gewaschen und dieses Wasser in das Fällungs-Becherglas gegeben.

3.3.4. Titration

Man rührt die Lösung mit dem Magnetrührwerk (Nummer 3.2.16), setzt einige Tropfen Bromkresolpurpurlösung (Nummer 3.2.5) zu und stellt mit der verdünnten Ammoniaklösung (Nummer 3.2.9) auf Farbumschlag nach violett ein (die Lösung ist durch Essigsäurereste, die vom Nachwaschen herrühren, zu Beginn schwach sauer).

Dann gibt man 10 ml Standardacetatpufferlösung (Nummer 3.2.10) hinzu, führt die Elektroden in die Lösung ein und titriert mit eingetauchter Bürettenspitze potenziometrisch mit der Carbatlösung (Nummer 3.2.11).

Die Titrationsgeschwindigkeit soll 2 ml/min nicht überschreiten.

Als Endpunkt gilt der Schnittpunkt der Tangenten, die man an die beiden Äste der Potenzialkurve legt.

Eine gelegentlich zu beobachtende Abflachung der Beugung der Potenzialkurve lässt sich durch sorgfältiges Reinigen der Platinelektrode (durch Schleifen mit Schmirgelpapier) beheben.

3.3.5. Blindversuch

Parallel zu den eigentlichen Bestimmungen läuft ein Blindversuch mit, bei dem 5 ml Methanol und 40 ml Wasser eingesetzt und nach Nummer 3.3.2 weiterverarbeitet werden. Der Verbrauch im Blindversuch sollte unter 1 ml Messlösung liegen, andernfalls bestehen Zweifel über die Reinheit der Reagenzien (Nummern 3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), insbesondere durch ihren Gehalt an Schwermetallen; in diesem Fall sind die Reagenzien zu ersetzen. Das Ergebnis des Blindversuchs ist bei der Berechnung zu berücksichtigen.

3.3.6. Kontrolle des Faktors der Carbatlösung

Der Faktor der Carbatlösung wird bei Verwendung täglich bestimmt. Hierzu werden 10 ml der Kupfersulfat-Eichlösung (Nummer 3.2.12) mit Carbatlösung nach Zugabe von 100 ml Wasser und 10 ml Standardacetatpuffer (Nummer 3.2.10) titriert. Beträgt die verbrauchte Menge „a“ ml, so errechnet sich der Faktor „f“ wie folgt:

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

mit diesem Faktor sind die Titrationsergebnisse zu multiplizieren.

3.4. Berechnung der Ergebnisse

Jedes nichtionische Tensid hat einen von seiner Zusammensetzung, insbesondere von der Länge seiner Alkenoxidkette, abhängigen Eichfaktor. Die Konzentration an nichtionischem Tensid wird im Verhältnis zu einer Referenzsubstanz ausgedrückt: Diese ist ein Nonylphenol mit zehn Ethylenoxid-Einheiten (NP 10); der Umrechnungsfaktor hierfür ist gleich 0,054.

Die Menge des in der Probe vorhandenen Tensids lässt sich mit Hilfe dieses Faktors wie folgt berechnen (ausgedrückt in mg des NP-10-Äquivalents):

$(b - c) \times f \times 0{,}054$ = mg nichtionische Tenside als NP 10;

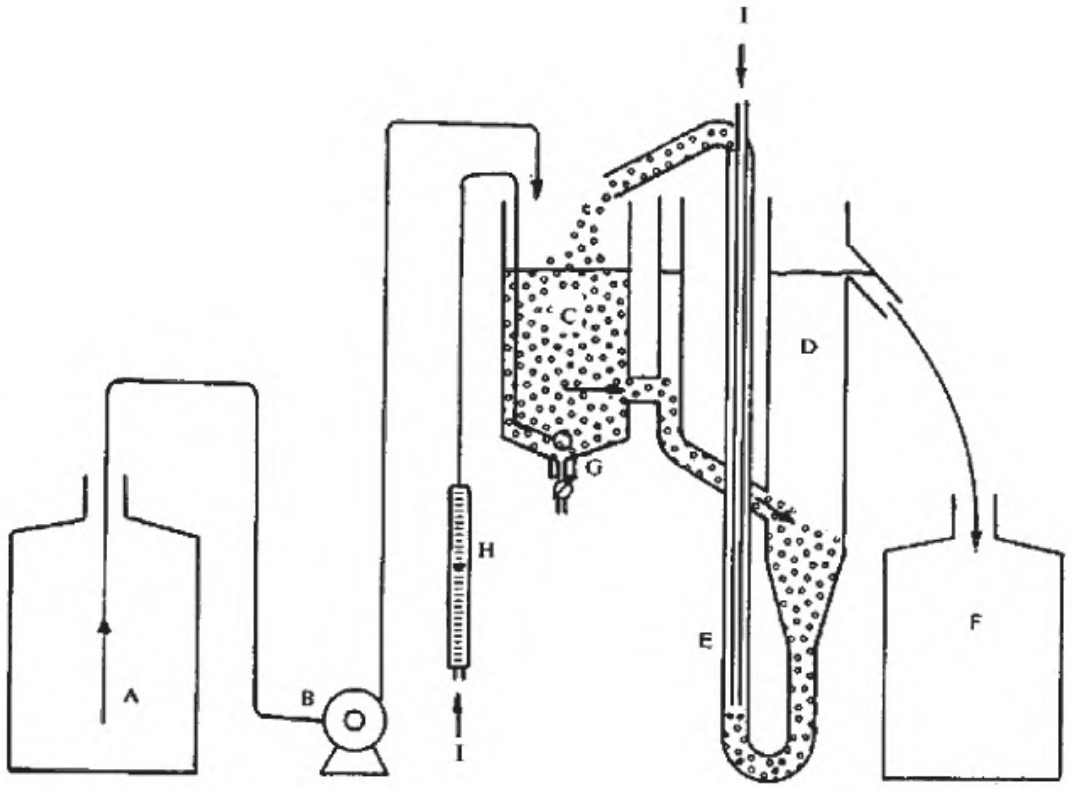
dabei ist

b	=	der Verbrauch an Carbatlösung der Probe in ml,
c	=	der Verbrauch an Carbatlösung des Blindversuchs in ml,
f	=	der Faktor der Carbatlösung.

3.5. Angabe der Ergebnisse

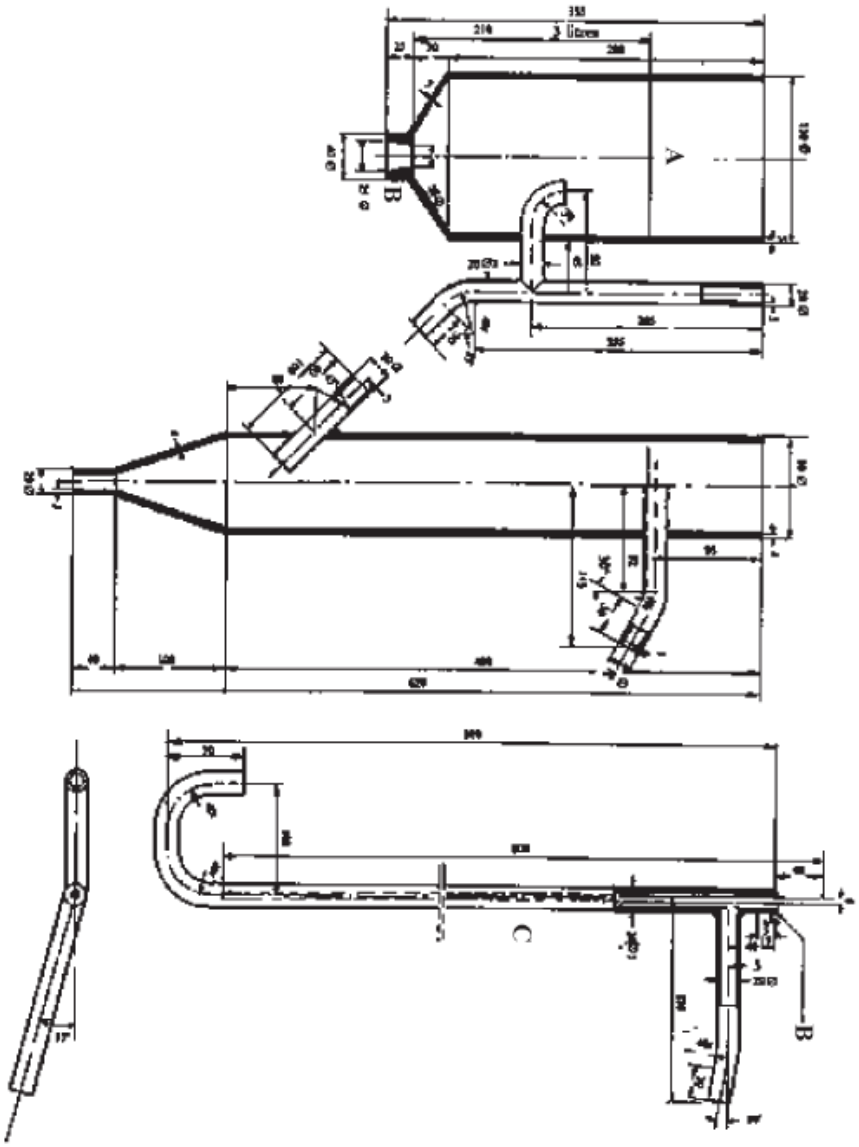
Die Ergebnisse sind in mg/l als NP 10 auf 0,1 genau anzugeben.

Abbildung 1: Belebtschlammanlage: Schema



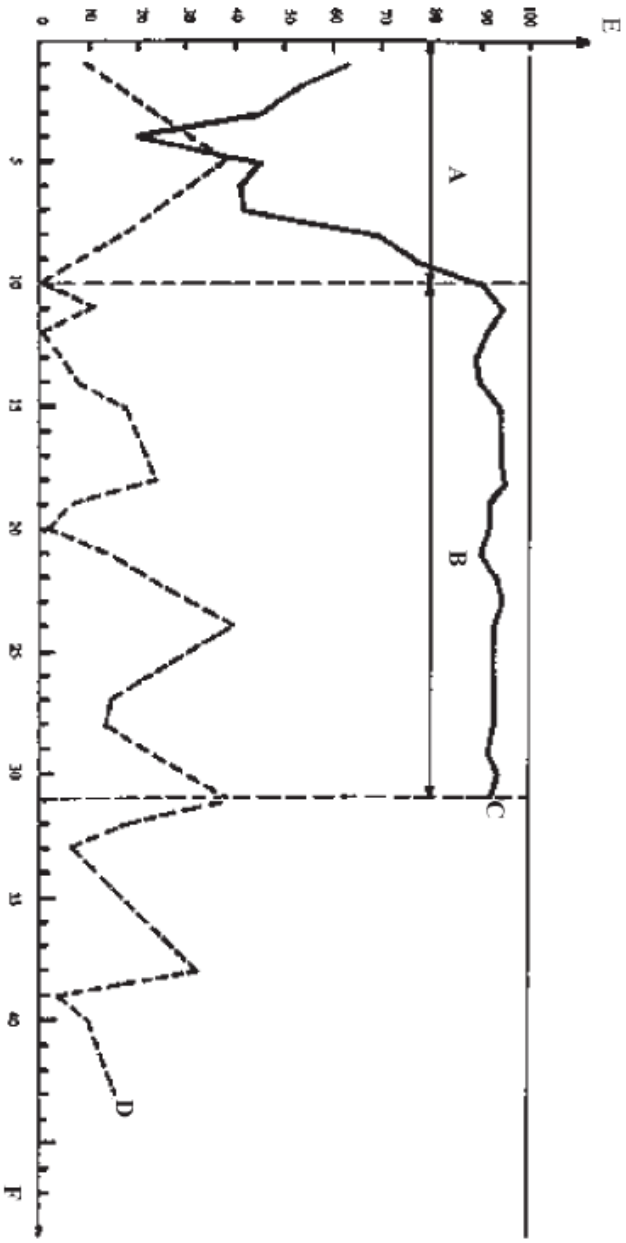
A	Vorratsgefäß
B	Dosierpumpe
C	Belüftungsgefäß (Inhalt drei Liter)
D	Absetzgefäß
E	Druckluftpumpe
F	Sammelgefäß
G	Glasfilterfritte zur Belüftung
H	Luftmengenmesser
I	Luft

Abbildung 2: Belebtschlammanlage: Detail (Abmessungen in mm)



A	Flüssigkeitsstand
B	Hart-PVC
C	Glas oder wasserfester Kunststoff (Hart-PVC)

Abbildung 3: Berechnung der biologischen Abbaubarkeit – Bestätigungstest



A	Einlaufzeit
B	Bezugszeitraum für die Berechnung (einundzwanzig Tage)
C	Leicht biologisch abbaubares Tensid
D	Nicht leicht biologisch abbaubares Tensid
E	Biologischer Abbau (in %)
F	Zeit (Tage)

ANHANG VIII

ENTSPRECHUNGSTABELLE

Verordnung (EG) Nr. 648/2004	Vorliegende Verordnung
Artikel 1 Absatz 1	Artikel 1 Absatz 1
Artikel 1 Absatz 2	-
Artikel 2 Nummer 1	Artikel 2 Nummer 1
Artikel 2 Nummer 1a	Artikel 2 Nummer 2
Artikel 2 Nummer 1b	Artikel 2 Nummer 3
Artikel 2 Nummer 2	-
Artikel 2 Nummer 3	Artikel 2 Nummer 6
Artikel 2 Nummer 4	Artikel 2 Nummer 7
Artikel 2 Nummer 5	Artikel 2 Nummer 8
Artikel 2 Nummer 6	Artikel 2 Nummer 11
Artikel 2 Nummer 7	-
Artikel 2 Nummer 8	Artikel 2 Nummer 12
Artikel 2 Nummer 9	Artikel 2 Nummer 14
Artikel 2 Nummer 9a	Artikel 2 Nummer 13
Artikel 2 Nummer 10	Artikel 2 Nummer 15
Artikel 2 Nummer 11	-
Artikel 2 Nummer 12	Artikel 2 Nummer 5
Artikel 3 Absatz 1	Artikel 3 Absatz 1 und Artikel 4 Absatz 2
Artikel 3 Absatz 2	-
Artikel 3 Absatz 3	Artikel 7 Absatz 1
Artikel 4 Absatz 1	Artikel 4 Absatz 1
Artikel 4 Absatz 2	-
Artikel 4 Absatz 3	-
Artikel 4a	Artikel 6
Artikel 5 Absatz 1	-
Artikel 5 Absatz 2	-
Artikel 5 Absatz 3	-
Artikel 5 Absatz 4	-
Artikel 5 Absatz 5	-
Artikel 5 Absatz 6	-
Artikel 6 Absatz 1	-

Artikel 6 Absatz 2	-
Artikel 6 Absatz 3	-
Artikel 6 Absatz 4	-
Artikel 7	-
Artikel 8 Absatz 1	-
Artikel 8 Absatz 2	-
Artikel 8 Absatz 3	-
Artikel 8 Absatz 4	-
Artikel 9 Absatz 1	Artikel 8 Absatz 2
Artikel 9 Absatz 2	-
Artikel 9 Absatz 3	Artikel 7 Absatz 6
Artikel 10 Absatz 1	-
Artikel 10 Absatz 2	Artikel 22 Absatz 2
Artikel 11 Absatz 1	Artikel 1 Absatz 2 Buchstabe b
Artikel 11 Absätze 2 und 3	Artikel 15 Absatz 3
Artikel 11 Absatz 4	Artikel 15 Absatz 4
Artikel 11 Absatz 5	Artikel 15 Absatz 5
Artikel 11 Absatz 6	-
Artikel 12	Artikel 28
Artikel 13	Artikel 26
Artikel 13a Absatz 1	Artikel 27 Absatz 1
Artikel 13a Absatz 2	Artikel 27 Absatz 2
Artikel 13a Absatz 3	Artikel 27 Absatz 3
Artikel 13a Absatz 4	Artikel 27 Absatz 5
Artikel 13a Absatz 5	Artikel 27 Absatz 6

Artikel 14 Absatz 1	Artikel 3 Absatz 2
Artikel 14 Absatz 2	-
Artikel 14 Absatz 3	-
Artikel 14 Absatz 4	-
Artikel 14 Absatz 5	-
Artikel 15 Absatz 1 Unterabsatz 1	Artikel 24 Absatz 1
Artikel 15 Absatz 1 Unterabsatz 2	Artikel 24 Absatz 3
Artikel 15 Absatz 2	Artikel 25 Absatz 4
Artikel 16 Absatz 1	-
Artikel 16 Absatz 2	-
Artikel 17	Artikel 33
Artikel 18	Artikel 29
Artikel 19	Artikel 35