

EUROPAPARLAMENTS- OG RÅDSFORORDNING (EF) nr. 648/2004**2008/EØS/38/33****av 31. mars 2004****om vaske- og rengjøringsmidler(*)**

EUROPAPARLAMENTET OG RÅDET FOR DEN
EUROPEISKE UNION HAR —

i én tekst. Kommissjonsrekommendasjon 89/542/EØF
av 13. september 1989⁽⁸⁾ om merking av vaske- og
rengjøringsmidler, bør også inngå i nevnte tekst.

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske
felleskap, særlig artikkel 95,

under henvisning til forslag fra Kommissjonen,

under henvisning til uttalelse fra Den europeiske økonomiske
og sosiale komité⁽¹⁾,

etter framgangsmåten fastsatt i traktatens artikkel 251⁽²⁾ og

ut fra følgende betraktninger:

1) Rådskonklusjon 73/404/EØF av 22. november 1973 om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om rengjøringsmidler⁽³⁾, 73/405/EØF av 22. november 1973 om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om analysemetoder for biologisk nedbrytbarhet av anioniske overflateaktive stoffer⁽⁴⁾, 82/242/EØF av 31. mars 1982 om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om analysemetoder for biologisk nedbrytbarhet av ikke-ioniske overflateaktive stoffer⁽⁵⁾, 82/243/EØF av 31. mars 1982 om endring av direktiv 73/405/EØF om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om analysemetoder for biologisk nedbrytbarhet av anioniske overflateaktive stoffer⁽⁶⁾ og 86/94/EØF av 10. mars 1986 om annen endring av direktiv 73/404/EØF om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om rengjøringsmidler⁽⁷⁾, er betydelig endret en rekke ganger. Av klarhets- og effektivitetshensyn er det ønskelig at de aktuelle bestemmelsene omarbeides ved at de samles

2) Ettersom målet for denne forordning, å sikre det indre marked for vaske- og rengjøringsmidler, ikke kan nås i tilstrekkelig grad av medlemsstatene dersom det ikke finnes felles tekniske kriterier i Fellesskapet, og derfor bedre kan nås på fellesskapsplan, kan Fellesskapet treffe tiltak i samsvar med nærhetsprinsippet som fastsatt i traktatens artikkel 5. I samsvar med forholdsmessighetsprinsippet fastsatt i nevnte artikkel går denne forordning ikke lenger enn det som er nødvendig for å nå dette målet. En forordning er det best egnede juridiske virkemiddel, ettersom den direkte pålegger produsentene nøyaktige krav som skal gjennomføres samtidig og på samme måte i hele Fellesskapet. Når det gjelder teknisk regelverk, kreves det ensartet anvendelse i medlemsstatene, og det kan bare sikres ved en forordning.

3) Det er behov for en ny definisjon av vaske- og rengjøringsmidler, som omfatter tilsvarende bruksområder, og som er i samsvar med utviklingen på medlemsstatsplan.

4) Det er nødvendig å innføre en definisjon av overflateaktivt stoff, noe som mangler i gjeldende regelverk.

5) Det er viktig å gi en klar og nøyaktig beskrivelse av de relevante formene for biologisk nedbrytbarhet.

6) Det bør vedtas tiltak med hensyn til vaske- og rengjøringsmidler for å sikre at det indre marked virker på en tilfredsstillende måte, og for å unngå konkurransebegrensninger i Fellesskapet.

(*) Denne fellesskapsrettsakten, kunngjort i EUT L 104 av 8.4.2004, s. 1, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 144/2005 av 2. desember 2005 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se EØS-tillegget til *Den europeiske unions tidende* nr. 10 av 23.2.2006, s. 15.

(1) EUT C 95 av 23.4.2003, s. 24.

(2) Europaparlamentsuttalelse av 10. april 2003 (ennå ikke offentliggjort i EUT), Rådets felles holdning av 4. november 2003 (EUT C 305 E av 16.12.2003, s. 11) og Europaparlamentets holdning av 14. januar 2004 (ennå ikke offentliggjort i EUT). Rådsbeslutning av 11. mars 2004.

(3) EFT L 347 av 17.12.1973, s. 51. Direktivet sist endret ved forordning (EF) nr. 807/2003 (EUT L 122 av 16.5.2003, s. 36).

(4) EFT L 347 av 17.12.1973, s. 53. Direktivet sist endret ved direktiv 82/243/EØF (EFT L 109 av 22.4.1982, s. 18).

(5) EFT L 109 av 22.4.1982, s. 1.

(6) EFT L 109 av 22.4.1982, s. 18.

(7) EFT L 80 av 25.3.1986, s. 51.

(8) EFT L 291 av 10.10.1989, s. 55.

- 7) Som bekreftet i Kommissjonens hvitbok om strategien for en framtidig kjemikaliepolitikk, bør hensiktsmessige tiltak med hensyn til vaske- og rengjøringsmidler sikre et høyt miljøvernivå, særlig for vannmiljøet.
- 8) Vaske- og rengjøringsmidler er allerede underlagt visse fellesskapsbestemmelser om produksjon, riktig håndtering, bruk og merking, særlig med henvisning til kommisjonsrekommendasjon 89/542/EØF og kommisjonsrekommendasjon 98/480/EF av 22. juli 1998 om god miljøpraksis for tekstilvaskemidler til husholdningsbruk⁽¹⁾. Europaparlaments- og rådsdirektiv 1999/45/EF av 31. mai 1999 om tilnærming av medlemsstatenes lover og forskrifter om klassifisering, emballering og merking av farlige stoffblandinger⁽²⁾ får anvendelse på vaske- og rengjøringsmidler.
- 9) Ditalgdimetylammoniumklorid (DTDMAC) og nonylfenol (herunder etoksylderivater av typen alkylfenoletoksylat (APE)) er prioriterte stoffer som på fellesskapsplan er gjenstand for risikovurdering i samsvar med rådsforordning (EØF) nr. 793/93 av 23. mars 1993 om vurdering og kontroll av risikoen ved eksisterende stoffer⁽³⁾, og om nødvendig bør det derfor anbefales og gjennomføres egnede strategier for å begrense risikoene for eksponering for disse stoffene innenfor rammen av andre fellesskapsbestemmelser.
- 10) Gjeldende regelverk for biologisk nedbrytbarhet av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler omfatter bare primær biologisk nedbrytbarhet⁽⁴⁾ og gjelder bare anioniske⁽⁵⁾ og ikke-ioniske⁽⁶⁾ overflateaktive stoffer. Det bør derfor erstattes med et nytt regelverk der hovedvekten legges på fullstendig biologisk nedbrytbarhet, og der det tas hensyn til de viktige problemene knyttet til persistente metabolitter mulige giftighet.
- 11) Dette krever at det innføres et nytt sett med forsøk basert på EN ISO-standarder og OECDs retningslinjer, som avgjør om det skal gis direkte tillatelse til å bringe vaske- og rengjøringsmidler i omsetning.
- 12) For å sikre et høyt miljøvernivå skal vaske- og rengjøringsmidler som ikke oppfyller kravene fastsatt i denne forordning, ikke bringes i omsetning.
- 13) Vitenskapskomiteen for toksisitet, økotoksisitet og miljø avgav 25. november 1999 en uttalelse om biologisk nedbrytbarhet av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler og betydningen av forsøksmetoder for lovgivningsmessig kontroll på dette området.
- 14) Gjeldende krav til primær biologisk nedbrytbarhet bør opprettholdes på et andre nivå og suppleres med en utfyllende risikovurdering for de overflateaktive stoffene som ikke oppfyller kravene ved forsøk for bestemmelse av fullstendig biologisk nedbrytbarhet. Videre bør overflateaktive stoffer som ikke oppfyller kravene ved forsøk for bestemmelse av primær biologisk nedbrytbarhet, ikke få markedsføringstillatelse ved unntak.
- 15) Kravene til primær biologisk nedbrytbarhet bør utvides til å omfatte alle overflateaktive stoffer, særlig kationiske og amfotere overflateaktive stoffer, samtidig som det gis mulighet til å benytte instrumentelle analyser i de tilfellene der halvspesifikke analysemetoder ikke er egnet.
- 16) Fastsettelsen av forsøksmetoder for bestemmelse av biologisk nedbrytbarhet og føring av lister over unntak er tekniske spørsmål, og bør tilpasses idet det tas hensyn til den tekniske og vitenskapelige utvikling og endringer i regelverket.
- 17) Forsøksmetodene bør gi data som gir tilstrekkelig sikkerhet for at overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler har evne til aerob biologisk nedbryting.
- 18) Metodene som brukes til å kontrollere den biologiske nedbrytbarheten av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler, kan gi variable resultater. I slike tilfeller bør de utfylles med ytterligere vurderinger for at risikoene ved fortsatt bruk skal kunne fastsettes.
- 19) Det bør også fastsettes bestemmelser om at overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler som ikke oppfyller kravene ved forsøk for bestemmelse av fullstendig biologisk nedbrytbarhet, i unntakstilfeller skal kunne bringes i omsetning, og dette bør skje i hvert enkelt tilfelle og på grunnlag av alle relevante opplysninger for å sikre miljøvernet.
- 20) De tiltak som er nødvendige for gjennomføringen av denne forordning, bør vedtas i samsvar med rådsbeslutning 1999/468/EF av 28. juni 1999 om fastsettelse av nærmere regler for utøvelsen av den gjennomføringsmyndighet som er tillagt Kommissjonen⁽⁷⁾.

⁽¹⁾ EFT L 215 av 1.8.1998, s. 73

⁽²⁾ EFT L 200 av 30.7.1999, s. 1. Direktivet sist endret ved europaparlaments- og rådsforordning (EF) nr. 1882/2003 (EUT L 284 av 31.10.2003, s. 1).

⁽³⁾ EFT L 84 av 5.4.1993, s. 1. Forordningen endret ved forordning (EF) nr. 1882/2003.

⁽⁴⁾ Direktiv 73/404/EØF og 86/94/EØF.

⁽⁵⁾ Direktiv 73/405/EØF og 82/243/EØF.

⁽⁶⁾ Direktiv 82/242/EØF.

⁽⁷⁾ EFT L 184 av 17.7.1999, s. 23.

- 21) Det er hensiktsmessig å minne om at annen tverrgående lovgivning gjelder for overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler, særlig rådsdirektiv 76/769/EØF av 27. juli 1976 om tilnærming av medlemsstatenes lover og forskrifter om begrensning av markedsføring og bruk av visse farlige stoffer og preparater⁽¹⁾, der det er fastsatt at omsetning og bruk av farlige stoffer omfattet av denne forordning kan forbys eller begrenses, rådsdirektiv 67/548/EØF av 27. juni 1967 om tilnærming av lover og forskrifter om klassifisering, emballering og merking av farlige stoffer⁽²⁾, kommisjonsdirektiv 93/67/EØF av 20. juli 1993 om fastsettelse av prinsippene for vurderingen av risikoene for mennesker og miljø ved stoffer meldt i henhold til rådsdirektiv 67/548/EØF⁽³⁾, forordning(EØF)nr.793/93 og kommisjonsforordning(EF) nr. 1488/94 av 28. juni 1994 om prinsippene for vurdering av risikoer for mennesker og miljø ved eksisterende stoffer⁽⁴⁾, europaparlaments- og rådsdirektiv 98/8/EF av 16. februar 1998 om markedsføring av biocidprodukter⁽⁵⁾, europaparlaments- og rådsdirektiv 2004/10/EF av 11. februar 2004 om tilnærming av lover og forskrifter om bruk av prinsippene for god laboratoriepraksis og kontroll av deres bruk ved forsøk med kjemiske stoffer (konsolidert versjon)⁽⁶⁾, europaparlaments- og rådsdirektiv 2004/9/EF av 11. februar 2004 om tilsyn og kontroll med god laboratoriepraksis (GLP) (konsolidert versjon)⁽⁷⁾ og rådsdirektiv 86/609/EØF av 24. november 1986 om tilnærming av medlemsstatenes lover og forskrifter om vern av forsøksdyr og dyr til andre vitenskapelige formål⁽⁸⁾.
- 22) Det bør være produsentenes ansvar å avstå fra omsetning av vaske- og rengjøringsmidler som ikke oppfyller kravene i denne forordning, og å stille den tekniske dokumentasjonen for alle stoffer og stoffblandinger som omfattes av denne forordning, til rådighet for de nasjonale myndigheter. Dette skal også gjelde for overflateaktive stoffer som ikke har oppfylt kravene i forsøkene nevnt i vedlegg III.
- 23) Produsentene bør kunne be Kommisjonen om unntak, og Kommisjonen bør ha mulighet til å gi slike unntak etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.
- 24) Vedkommende myndigheter i medlemsstatene bør kunne anvende kontrolltiltak på vaske- og rengjøringsmidler på markedet, men bør unngå å gjenta forsøk utført av vedkommende laboratorier.
- 25) Gjeldende bestemmelser om merking av vaske- og rengjøringsmidler bør opprettholdes, herunder bestemmelsene i rekommendasjon 89/542/EØF, som inngår i denne forordning med sikte på at målet om å modernisere reglene for vaske- og rengjøringsmidler skal nås. Det innføres særlig merking for å underrette forbrukerne om hvilke duftstoffer og konserveringsmidler som finnes i vaske- og rengjøringsmidlene. Medisinsk personell bør på anmodning kunne innhente fra produsenten en fullstendig liste over alle bestanddeler i et vaske- og rengjøringsmiddel for å kunne undersøke om det finnes en årsakssammenheng mellom utviklingen av en allergisk reaksjon og eksponering for et bestemt kjemisk stoff, og medlemsstatene bør kunne kreve at en slik liste også gjøres tilgjengelig for et særlig offentlig organ som er utpekt til å gi slike opplysninger til medisinsk personell.
- 26) Alle punktene ovenfor nødvendiggjør et nytt regelverk som skal erstatte gjeldende regelverk. I et visst tidsrom kan imidlertid medlemsstatene fortsette å bruke sin gjeldende lovgivning.
- 27) De tekniske vedleggene til denne forordning bør tilpasses etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.
- 28) Vaske- og rengjøringsmidler som oppfyller kravene i denne forordning, bør kunne bringes i omsetning, med forbehold for andre relevante fellesskapsbestemmelser.
- 29) For å sikre at mennesker og miljø vernes mot uforutsette risikoer i forbindelse med vaske- og rengjøringsmidler, er det nødvendig med en beskyttelsesklause.
- 30) De fastsatte forsøkene for bestemmelse av overflateaktive stoffers biologiske nedbrytbarhet, skal utføres i laboratorier som oppfyller en internasjonalt anerkjent standard, nemlig EN/ISO/IEC/17025, eller prinsippene for god laboratoriepraksis. Det vil ikke være rimelig å kreve at dette siste kravet skal gjelde for eksisterende overflateaktive stoffer, i den grad disse har gjennomgått de forsøkene som var tilgjengelige før ovennevnte standard trådte i kraft, og disse forsøkene fortsatt gir et sammenlignbart vitenskapelig kvalitetsnivå.

(1) EFTL 262 av 27.9.1976, s. 201. Direktivet sist endret ved kommisjonsdirektiv 2004/21/EF (EUT L 57 av 25.2.2004, s. 4).

(2) EFT L 196 av 16.8.1967, s. 1. Direktivet sist endret ved forordning (EF) nr. 807/2003.

(3) EFT L 227 av 8.9.1993, s. 9.

(4) EFT L 161 av 29.6.1994, s. 3.

(5) EFT L 123 av 24.4.1998, s. 1. Direktivet endret ved forordning (EF) nr. 1882/2003.

(6) EUT L 50 av 20.2.2004, s. 44.

(7) EUT L 50 av 20.2.2004, s. 28.

(8) EFT L 358 av 18.12.1986, s. 1. Direktivet endret ved europaparlaments- og rådsdirektiv 2003/65/EF (EUT L 230 av 16.9.2003, s. 32).

- 31) Spørsmålene som gjelder anaerob biologisk nedbryting, biologisk nedbryting av de viktigste ikke-overflateaktive, organiske bestanddelene i vaske- og rengjøringsmidler, samt fosfatinnhold, som ikke omfattes av denne forordning, bør undersøkes av Kommisjonen, og det bør eventuelt framlegges et forslag for Europaparlamentet og Rådet. I påvente av ytterligere harmonisering, kan medlemsstatene opprettholde eller fastsette nasjonale regler for disse spørsmålene.
- 32) De fem direktivene og kommisjonsrekommendasjonen nevnt i betraktning 1, som erstattes med denne forordning, bør oppheves —

VEDTATT DENNE FORORDNING:

Artikkel 1

Mål og virkeområde

- Ved denne forordning fastsettes det regler med sikte på å oppnå fri omsetning av vaske- og rengjøringsmidler og overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler på det indre marked, samtidig som det sikres et høyt nivå for vern av miljøet og menneskers helse.
- For dette formål harmoniseres i denne forordning følgende regler for omsetning av vaske- og rengjøringsmidler og av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler:
 - biologisk nedbrytbarhet av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler,
 - begrensninger av eller forbud mot overflateaktive stoffer på grunn av biologisk nedbrytbarhet,
 - tilleggsmarking av vaske- og rengjøringsmidler, herunder duftallergener, og
 - de opplysningene som produsentene skal stille til rådighet for vedkommende myndigheter og medisinsk personell i medlemsstatene.

Artikkel 2

Definisjoner

I denne forordning menes med:

- «Vaske- og rengjøringsmiddel»: ethvert stoff eller enhver stoffblanding som inneholder såpe og/eller andre overflateaktive stoffer, og som er beregnet på vasking og rengjøring. Vaske- og rengjøringsmidler kan forekomme i forskjellige former (flytende, pulver, tykflytende masse, stenger, blokker, støpte stykker, figurer o.l.) og omsettes til eller brukes i husholdninger, institusjoner eller industri.

Andre produkter som skal betraktes som vaske- og rengjøringsmidler, er:

 - «vaskehjelpemiddel», beregnet på bløtlegging (forvask), skylling eller bleking av klær, lintøy o.l.,

- «tøymykner», beregnet på å forandre tekstilers berøringssegenskaper i prosesser som supplerer tøyvask,
 - «rengjøringsmiddel», beregnet på allrengjøring i husholdningen og/eller annen rengjøring av flater (f.eks. materialer, produkter, maskiner, mekaniske innretninger, transportmidler og tilhørende utstyr, instrumenter, apparater o.l.),
 - «andre rengjørings- og vaskemidler», beregnet på all annen vasking og rengjøring.
- «Vasking»: rengjøring av tøy, tekstiler, servise og andre harde overflater.
 - «Rengjøring»: som definert i EN ISO 862.
 - «Stoff»: grunnstoffer og deres forbindelser i naturlig tilstand eller framstilt ved enhver produksjonsprosess, herunder ethvert tilsetningsstoff som er nødvendig for å bevare produktenes stabilitet, og enhver urenheter som stammer fra den benyttede prosessen, bortsett fra ethvert løsemiddel som kan utskilles uten at det påvirker stoffets stabilitet eller endrer dets sammensetning.
 - «Stoffblanding»: blanding eller løsning sammensatt av to eller flere stoffer.
 - «Overflateaktivt stoff»: ethvert organisk stoff og/eller enhver stoffblanding som benyttes i vaske- og rengjøringsmidler, som har overflateaktive egenskaper og består av én eller flere hydrofile og én eller flere hydrofobe grupper av en slik art og størrelse at det er i stand til å minske vannets overflatespenning, danne monomolekylære sprednings- eller adsorpsjonssjikt ved grensesnittet mellom vann og luft, danne emulsjoner og/eller mikroemulsjoner og/eller miceller og framkalle adsorpsjon ved grensesnittet mellom vann og fast stoff.
 - «Primær biologisk nedbryting»: strukturendring (omdanning) av et overflateaktivt stoff ved hjelp av mikroorganismer, som medfører tap av stoffets overflateaktive egenskaper på grunn av nedbryting av morstoffet, og dermed tap av den overflateaktive egenskapen, som målt ved forsøksmetodene nevnt i vedlegg II.
 - «Fullstendig aerob biologisk nedbryting»: det nivået av biologisk nedbryting som oppnås når det overflateaktive stoffet fullstendig brukes av mikroorganismer i nærvær av oksygen, slik at det nedbrytes til karbondioksid, vann og mineralsalter av andre tilstedeværende grunnstoffer (mineralisering), som målt ved forsøksmetodene nevnt i vedlegg III, samt nye mikrobielle cellebestanddeler (biomasse).
 - «Omsetning»: innføre et produkt på fellesskapsmarkedet og dermed gjøre det tilgjengelig for tredjemann, mot betaling eller ikke. Import til Fellesskapets tollområde skal anses som omsetning.

10. «Produsent»: den fysiske eller juridiske person som er ansvarlig for å bringe i omsetning et vaske- eller rengjøringsmiddel eller et overflateaktivt stoff, særlig skal en produsent, importør, emballeringsbedrift som arbeider for egen regning, eller enhver person som endrer egenskapene til et vaske- eller rengjøringsmiddel eller til et overflateaktivt stoff som skal inngå i et vaske- eller rengjøringsmiddel, eller utfører eller endrer merkingen av disse, anses som produsent. En distributør som ikke endrer egenskapene til, merkingen av eller emballasjen til et vaske- eller rengjøringsmiddel eller til et overflateaktivt stoff som skal inngå i et vaske- eller rengjøringsmiddel, skal ikke anses som produsent, unntatt når vedkommende fungerer som importør.
11. «Medisinsk personell»: en lege eller en person som arbeider under ledelse av en lege, som har som oppgave å gi pleie, stille diagnose eller gi behandling, og som har taushetsplikt.
12. «Vaske- og rengjøringsmiddel til bruk i industrien og i institusjoner»: et vaske- eller rengjøringsmiddel som ikke er beregnet på husholdningsbruk, men til vasking og rengjøring utført med særlige produkter av spesialisert personale.

Artikkel 3

Omsetning

1. Når vaske- og rengjøringsmidler og overflateaktive stoffer som skal inngå i vaske- og rengjøringsmidler nevnt i artikkel 1 bringes i omsetning, skal de være i samsvar med de vilkår, egenskaper og begrensninger som er fastsatt i denne forordning og dens vedlegg, og eventuelt i direktiv 98/8/EF og annet relevant fellesskapsregelverk. Overflateaktive stoffer som også er aktive stoffer i henhold til direktiv 98/8/EF, og som brukes som desinfeksjonsmidler, er unntatt fra bestemmelsene i vedlegg II, III, IV og VIII til denne forordning, forutsatt at

- a) de er oppført i vedlegg I eller I A til direktiv 98/8/EF, eller
- b) de er bestanddeler i biocidprodukter som er tillatt i henhold til artikkel 15 nr. 1 eller 2 i direktiv 98/8/EF, eller
- c) de er bestanddeler i biocidprodukter som er tillatt i henhold til overgangstiltakene eller omfattet av det tiårige arbeidsprogrammet fastsatt i artikkel 16 i direktiv 98/8/EF.

Slike overflateaktive stoffer blir i stedet betraktet som desinfeksjonsmidler, og de vaske- og rengjøringsmidlene som de inngår i, er underlagt bestemmelsene om merking av desinfeksjonsmidler i vedlegg VII del A.

2. Produsenter av vaske- og rengjøringsmidler og/eller overflateaktive stoffer som skal inngå i vaske- og rengjøringsmidler skal være etablert i Fellesskapet.
3. Produsentene skal være ansvarlige for at vaske- og rengjøringsmidler og/eller overflateaktive stoffer som skal inngå i vaske- og rengjøringsmidler er i samsvar med bestemmelsene i denne forordning og dens vedlegg.

Artikkel 4

Begrensninger basert på overflateaktive stoffers biologiske nedbrytbarhet

1. I henhold til denne forordning kan overflateaktive stoffer og vaske- og rengjøringsmidler som inneholder overflateaktive stoffer, som oppfyller kriteriene for fullstendig aerob biologisk nedbryting som fastsatt i vedlegg III, bringes i omsetning uten ytterligere begrensninger med hensyn til biologisk nedbrytbarhet.

2. Dersom et vaske- eller rengjøringsmiddel inneholder overflateaktive stoffer som har et lavere nivå av fullstendig aerob biologisk nedbryting enn det som er angitt i vedlegg III, kan produsenter av vaske- og rengjøringsmidler til bruk i industrien eller i institusjoner, som inneholder overflateaktive stoffer, og/eller av overflateaktive stoffer som brukes i vaske- og rengjøringsmidler til bruk i industrien eller i institusjoner, be om unntak. Søknader om unntak skal framlegges og beslutning om dem skal treffes i samsvar med artikkel 5, 6 og 9.

3. Nivået av primær biologisk nedbrytbarhet skal måles for alle overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler som ikke oppfyller kravene ved forsøk for bestemmelse av fullstendig aerob biologisk nedbryting. Overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler som har et lavere nivå av primær biologisk nedbrytbarhet enn det som er angitt i vedlegg II, skal ikke gis unntak.

Artikkel 5

Innrømmelse av unntak

1. Produsenter som ønsker unntak, skal sende søknad til vedkommende myndighet i den berørte medlemsstaten nevnt i artikkel 8 nr. 1, og til Kommissjonen, sammen med dokumentasjon som gjelder kriteriene nevnt i artikkel 6 nr. 1. Medlemsstatene kan gjøre søknaden om unntak betinget av at det betales et gebyr til vedkommende myndighet i medlemsstaten. Ved innkreving av dette eventuelle gebyret skal det ikke forekomme forskjellsbehandling, og gebyret skal ikke være høyere enn kostnaden for behandling av søknaden.

2. Søknadene skal inneholde teknisk dokumentasjon med alle opplysninger og begrunnelser som er nødvendige for å vurdere sikkerhetsaspektene i forbindelse med den særlige bruken av overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler som ikke er i samsvar med grensene for biologisk nedbrytbarhet fastsatt i vedlegg III.

I tillegg til resultatene av forsøkene fastsatt i vedlegg III, skal den tekniske dokumentasjonen inneholde opplysninger om og resultater av forsøkene fastsatt i vedlegg II og IV.

Forsøkene fastsatt i vedlegg IV nr. 4, skal utføres på grunnlag av en trinnvis framgangsmåte. Den trinnvise framgangsmåten skal fastlegges i et teknisk veiledningsdokument som innen 8. april 2007 skal tilpasses etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2. Veiledningsdokumentet skal også ved behov angi hvilke forsøk prinsippene for god laboratoriepraksis skal anvendes på.

3. Når vedkommende myndighet i medlemsstaten mottar en søknad om unntak i samsvar med nr. 1 og 2, skal den undersøke søknaden, vurdere om den oppfyller vilkårene for unntak og underrette Kommisjonen om resultatene innen seks måneder etter at den fullstendige søknaden ble mottatt.

Dersom vedkommende myndighet i medlemsstaten anser det nødvendig for å kunne vurdere den risikoen som et stoff og/eller en stoffblanding kan forårsake, skal den innen tre måneder etter at søknaden er mottatt, be om ytterligere opplysninger, kontroller og/eller bekreftende analyser for disse stoffene og/eller stoffblandingene eller deres omdanningsprodukter, som de har fått melding om eller har mottatt opplysninger om i henhold til denne forordning. Tidsfristen som vedkommende myndighet i medlemsstaten har til å vurdere dokumentasjonen, begynner ikke å løpe før etter at dokumentasjonen er fullstendig med de ytterligere opplysningene. Dersom de opplysningene det er bedt om, ikke er framlagt innen tolv måneder, skal søknaden betraktes som ufullstendig og derfor ugyldig. I slike tilfeller får artikkel 6 nr. 2 ikke anvendelse.

Dersom det bes om ytterligere opplysninger om metabolitter, skal det benyttes trinnvise forsøksstrategier for å sikre størst mulig bruk av in vitro-forsøk og andre metoder som ikke innebærer dyreforsøk.

4. Kommisjonen kan, særlig på grunnlag av den vurderingen som medlemsstaten har foretatt, gi unntak etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2. Ved behov skal Kommisjonen før slikt unntak gis, foreta en ytterligere vurdering av spørsmålene angitt i nr. 3 i denne artikkel. Den skal treffe sin beslutning innen tolv måneder etter at den har mottatt vurderingen fra medlemsstaten, bortsett fra når det gjelder artikkel 5 nr. 4 og 6 i beslutning 1999/468/EF, der fristen er 18 måneder.

5. Slike unntak kan tillate, begrense eller medføre strenge restriksjoner på omsetning og bruk av overflateaktive stoffer som bestanddeler i vaske- og rengjøringsmidler, avhengig av resultatene av den utfyllende risikovurderingen som definert i vedlegg IV. De kan omfatte en utfasingsperiode for omsetning og bruk av overflateaktive stoffer som bestanddeler i vaske- og rengjøringsmidler. Kommisjonen kan vurdere et unntak på nytt så snart det framkommer opplysninger som berettiger en betydelig gjennomgåelse av den tekniske dokumentasjonen som inngikk i søknaden om unntak. For dette formål skal produsenten på anmodning framlegge for Kommisjonen teknisk dokumentasjon som er ajourført med hensyn til punktene nevnt i vedlegg IV nr. 2. På grunnlag av disse ajourførte opplysningene kan Kommisjonen beslutte å forlenge, endre eller avslutte unntaket. Nr. 1-4 og nr. 6 i denne artikkel og artikkel 6 skal gjelde tilsvarende.

6. Kommisjonen skal offentliggjøre listen over overflateaktive stoffer omfattet av unntak, med opplysninger om vilkår eller begrensninger for bruk, som fastsatt i vedlegg V.

Artikkel 6

Vilkår for å gi unntak

1. Dersom Kommisjonen vurderer å gi et unntak, skal den gjøre det etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2, og på grunnlag av følgende kriterier:

- snevert bruksområde framfor bredt bruksområde,
- bruk bare på særlige bruksområder i industrien og/eller i institusjoner,
- den miljø- eller helserisikoen som salgsmengden og bruksmønsteret i hele Fellesskapet utgjør, er liten sammenlignet med de sosioøkonomiske fordelene, herunder næringsmiddeltrygghet og hygienestandarder.

2. Så lenge Kommisjonen ikke har truffet beslutning om en søknad om unntak, kan det aktuelle overflateaktive stoffet fortsatt bringes i omsetning og brukes, forutsatt at produsenten kan vise at det overflateaktive stoffet allerede var i bruk på fellesskapsmarkedet på denne forordnings ikrafttredelsesdato, og at søknaden om unntak ble framlagt innen to år fra den datoen.

3. Dersom Kommisjonen avslår å gi unntak, skal den gjøre det innen tolv måneder etter at den har mottatt fra medlemsstaten vurderingen nevnt i artikkel 5 nr. 3, bortsett fra når det gjelder artikkel 5 nr. 4 og 6 i beslutning 1999/468/EF, der fristen er 18 måneder. Den kan fastsette en overgangsperiode der omsetning og bruk av det aktuelle overflateaktive stoffet skal fases ut. Denne overgangsperioden skal ikke vare lenger enn to år regnet fra den datoen da Kommisjonen traff sin beslutning.

4. Kommisjonen skal i vedlegg VI offentliggjøre listen over overflateaktive stoffer som har vist seg ikke å oppfylle kravene i denne forordning.

Artikkel 7

Forsøk med overflateaktive stoffer

Alle forsøk nevnt i artikkel 3 og 4 og i vedlegg II, III, IV og VIII skal utføres i samsvar med standardene nevnt i vedlegg I nr. 1 og i samsvar med forsøkskravene nevnt i artikkel 10 nr. 5 i forordning (EØF) nr. 793/93. For dette formål er det tilstrekkelig å anvende enten EN ISO/IEC-standard eller prinsippene for god laboratoriepraksis, unntatt når det gjelder de forsøkene der prinsippene for god laboratoriepraksis er gjort obligatoriske. I tilfeller der overflateaktive stoffer brukes i vaske- og rengjøringsmidler som er brakt i omsetning før ovennevnte standard trådte i kraft, kan gjeldende forsøk som ble utført med den beste tilgjengelige vitenskapelige kunnskapen, og som ble utført i henhold til en standard som er sammenlignbar med standardene nevnt i vedlegg I, tillates fra sak til sak. Produsenten eller medlemsstaten kan framlegge for Kommisjonen enhver sak som det er tvil eller uenighet om. Det skal deretter treffes en beslutning etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.

Artikkel 8

Medlemsstatenes forpliktelser

1. Medlemsstatene skal utnevne den eller de vedkommende myndigheter som er ansvarlige for å oversende og utveksle opplysninger om gjennomføringen av denne forordning, og å underrette Kommisjonen om disse myndighetenes fullstendige navn og adresse.

2. Hver medlemsstat skal oversende de andre medlemsstatene og Kommisjonen listen over godkjente laboratorier, med deres fullstendige navn og adresse, som er kvalifisert og godkjent til å utføre de forsøkene som kreves i denne forordning. Medlemsstatene skal godtgjøre ovennevnte laboratoriers kompetanse i samsvar med standarden EN ISO/IEC 17025 nevnt i vedlegg I nr. 1. Dette kravet skal anses å være oppfylt dersom medlemsstaten har kontrollert at laboratoriene overholder prinsippene for god laboratoriepraksis i samsvar med artikkel 2 i direktiv 2004/9/EF.

3. Dersom vedkommende myndighet i en medlemsstat har grunn til å tro at et godkjent laboratorium ikke innehar kompetansen nevnt i nr. 2, skal den ta opp saken i komiteen nevnt i artikkel 12. Dersom Kommisjonen beslutter at laboratoriet ikke innehar den nødvendige kompetansen, skal navnet på det godkjente laboratoriet strykes fra listen nevnt i nr. 4. Artikkel 15 nr. 2 får anvendelse, bortsett fra i de tilfellene der laboratorier hevder at de oppfyller kravene til god laboratoriepraksis, som bestemmelsene om manglende samsvar i artikkel 5 og 6 i direktiv 2004/9/EF får anvendelse på.

4. Kommisjonen skal én gang i året offentliggjøre listene over vedkommende myndigheter nevnt i nr. 1, og over godkjente laboratorier nevnt i nr. 2, i *Den europeiske unions tidende*, i den grad det har skjedd endringer.

Artikkel 9

Opplysninger som produsentene skal ha tilgjengelig

1. Med forbehold for artikkel 17 i direktiv 1999/45/EF skal produsenter som bringer i omsetning stoffene og/eller stoffblandingene som omfattes av denne forordning, ha tilgjengelig for vedkommende myndigheter i medlemsstatene:

— opplysninger om ett eller flere resultater av forsøkene nevnt i vedlegg III,

— for de overflateaktive stoffene som ikke oppfyller kravene i forsøkene nevnt i vedlegg III, og som det er framlagt en søknad om unntak for som nevnt i artikkel 5:

- i) teknisk dokumentasjon om resultatene av forsøkene fastsatt i vedlegg II,
- ii) teknisk dokumentasjon om resultatene av forsøkene og opplysningene fastsatt i vedlegg IV.

2. Når stoffer og/eller stoffblandinger som omfattes av denne forordning bringes i omsetning, skal produsenten ha ansvar for at de relevante forsøkene nevnt ovenfor blir riktig utført. Produsenten skal også ha tilgjengelig dokumentasjon om de forsøkene som er utført, for å godtgjøre at kravene i denne forordning er oppfylt, og at produsenten har tillatelse til å utnytte eiendomsretten til forsøksresultatene, bortsett fra de forsøksresultatene som allerede er kjent for allmennheten.

3. Produsenter som bringer stoffblandingene som omfattes av denne forordning i omsetning, skal på anmodning, uten opphold og kostnadsfritt stille til rådighet for alt medisinsk personell et datablad for bestanddeler som angitt i vedlegg VII del C.

Dette berører ikke en medlemsstats rett til å be om at et slikt datablad stilles til rådighet for et særlig offentlig organ, som medlemsstaten har tildelt oppgaven med å gi disse opplysningene til medisinsk personell.

Opplysningene i databladet skal behandles fortrolig av det særlige offentlige organet og det medisinske personellet, og skal brukes bare til medisinske formål.

Artikkel 10

Kontrolltiltak

1. Medlemsstatenes vedkommende myndigheter kan ved behov treffe alle nødvendige kontrolltiltak med hensyn til vaske- og rengjøringsmidler som er brakt i omsetning, for å sikre at produktet oppfyller bestemmelsene i denne forordning. Referansemetoden skal være forsøks- og analysemetodene nevnt i vedlegg VIII. Disse kontrolltiltakene skal ikke forplikte produsentene til å gjenta forsøk utført av laboratorier som oppfyller vilkårene nevnt i artikkel 8 nr. 2, eller til å betale for eventuelle gjentatte eller ytterligere forsøk, forutsatt at det første forsøket har vist at vaske- og rengjøringsmidlene eller de overflateaktive stoffene som er brukt som bestanddeler i vaske- og rengjøringsmidlene, oppfyller kravene i denne forordning.

2. Dersom det oppstår tvil om hvorvidt et forsøk utført i samsvar med metodene oppført i vedlegg II, III, IV eller VIII, har gitt falske positive resultater, skal medlemsstatenes vedkommende myndigheter underrette Kommisjonen, og Kommisjonen skal, etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2, kontrollere disse resultatene og treffe nødvendige tiltak.

Artikkel 11

Merking

1. Bestemmelsene i denne artikkel berører ikke bestemmelsene om klassifisering, emballering og merking av farlige stoffer og stoffblandinger i direktiv 67/548/EØF og 1999/45/EF.

2. Følgende opplysninger skal være påført med skrift som er leselig, synlig og ikke kan slettes, på den emballasjen som vaske- og rengjøringsmidlene selges i til forbruker:

- a) produktets navn og handelsnavn,
- b) navnet, handelsnavnet eller varemerket og den fullstendige adressen og telefonnummeret til den som er ansvarlig for å bringe produktet i omsetning,
- c) adressen, eventuelt e-postadressen, og telefonnummeret som databladet nevnt i artikkel 9 nr. 3, kan innhentes fra.

De samme opplysningene skal finnes på alle dokumenter som følger med vaske- og rengjøringsmidler som transporteres i bulk.

3. På vaske- og rengjøringsmidlenes emballasje skal innholdet angis i samsvar med spesifikasjonene fastsatt i vedlegg VII del A. Bruksanvisning og særlige forsiktighetsregler skal også angis på emballasjen ved behov.

4. I tillegg skal emballasjen til vaske- og rengjøringsmidler som selges til allmennheten og er beregnet på bruk som tekstilvaskemidler, være påført opplysningene fastsatt i vedlegg VII del B.

5. Dersom en medlemsstat har et nasjonalt krav om merking på statens nasjonale språk, skal produsenten og distributøren oppfylle dette kravet med hensyn til opplysningene nevnt i nr. 3 og 4.

6. Nr. 1-5 berører ikke gjeldende nasjonale regler om at grafiske framstillinger av frukt, som kan villedde brukeren med hensyn til anvendelsen av flytende produkter, ikke skal forekomme på emballasje som vaske- og rengjøringsmidler selges i til forbruker.

Artikkel 12

Komitéframgangsmåte

1. Kommisjonen skal bistås av en komité.
2. Når det vises til dette nummer, får artikkel 5 og 7 i beslutning 1999/468/EF anvendelse, samtidig som det tas hensyn til bestemmelsene i beslutningens artikkel 8.

Tidsrommet fastsatt i artikkel 5 nr. 6 i beslutning 1999/468/EF skal være tre måneder.

3. Komiteen fastsetter sin forretningsorden.

Artikkel 13

Tilpasning av vedleggene

1. De endringene som er nødvendige for å tilpasse vedleggene, skal vedtas etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2, og skal om mulig bruke europeiske standarder.

2. Særlig skal de endringene eller tilføyelsene som er nødvendige for anvendelsen av denne forordnings regler på løsemiddelbaserte vaske- og rengjøringsmidler, vedtas etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.

Artikkel 14

Klausul om fri omsetning

Medlemsstatene skal ikke forby, begrense eller hindre omsetning av vaske- og rengjøringsmidler og/eller overflateaktive stoffer som skal inngå i vaske- og rengjøringsmidler som oppfyller kravene i denne forordning, av grunner som omfattes av denne forordning.

I påvente av ytterligere harmonisering kan medlemsstatene opprettholde eller fastsette nasjonale regler for bruk av fosfater i vaske- og rengjøringsmidler.

Artikkel 15

Beskyttelsesklausul

1. Dersom en medlemsstat har berettiget grunn til å mene at et bestemt vaske- eller rengjøringsmiddel, til tross for at det oppfyller kravene i denne forordning, utgjør en risiko for menneskers eller dyrs helse eller for miljøet, kan den midlertidig forby omsetning av dette vaske- eller rengjøringsmiddelet på sitt territorium, eller midlertidig underlegge det særskilte vilkår.

Den skal umiddelbart underrette de andre medlemsstatene og Kommisjonen om dette og begrunne sin beslutning.

2. Etter samråd med medlemsstatene eller, dersom det er hensiktsmessig, med Kommisjonens relevante tekniske komité eller vitenskapskomité, skal det etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2 treffes en beslutning i saken innen 90 dager.

Artikkel 16

Gjennomgåelse

1. Innen 8. april 2007 skal Kommisjonen vurdere, framlegge en rapport om og eventuelt et forslag til regelverk for bruken av fosfater, med sikte på en gradvis utfasing eller begrensning til særlige bruksområder.

2. Innen 8. april 2009 skal Kommisjonen foreta en gjennomgåelse av gjennomføringen av denne forordning, der det særlig tas hensyn til overflateaktive stoffers biologiske nedbrytbarhet, og skal vurdere, framlegge en rapport om og eventuelt et forslag til regelverk for

- anaerob biologisk nedbryting,
- den biologiske nedbrytingen av de viktigste ikke-overflateaktive organiske bestanddelene i vaske- og rengjøringsmidler.

*Artikkel 17***Regelverk som skal oppheves**

1. Følgende direktiver oppheves med virkning fra 8. oktober 2005:
 - direktiv 73/404/EØF,
 - direktiv 73/405/EØF,
 - direktiv 82/242/EØF,
 - direktiv 82/243/EØF og
 - direktiv 86/94/EØF.
2. Rekommandasjon 89/542/EØF oppheves med virkning fra 8. oktober 2005.
3. Henvisninger til de opphevede direktivene skal forstås som henvisninger til denne forordning.
4. Den dagen denne forordning trer i kraft skal medlemsstatene oppheve de lover og forskrifter de har vedtatt i henhold til direktivene nevnt i nr. 1 eller rekommandasjonen nevnt i nr. 2.

*Artikkel 18***Sanksjoner**

1. Senest 8. oktober 2005 skal medlemsstatene fastsette
 - hensiktsmessige rettslige eller forvaltningsmessige tiltak som skal anvendes ved overtredelse av denne forordning, og
 - sanksjoner som virker avskrekkende, er virkningsfulle og står i forhold til overtredelsen.Dette skal omfatte tiltak som gir dem mulighet til å holde tilbake forsendelser av vaske- og rengjøringsmidler som ikke oppfyller kravene i denne forordning.
2. De skal umiddelbart underrette Kommisjonen om dette.

*Artikkel 19***Ikrafttredelse**

Denne forordning trer i kraft 8. oktober 2005.

Denne forordning er bindende i alle deler og kommer direkte til anvendelse i alle medlemsstater.

Utferdiget i Strasbourg, 31. mars 2004.

For Europaparlamentet

P. COX

President

For Rådet

D. ROCHE

Formann

VEDLEGG I

Standarder for akkreditering, god laboratoriepraksis og dyrevern for laboratorier som er kvalifisert og godkjent til å yte de tjenestene som er nødvendige for å kontrollere at vaske- og rengjøringsmidler oppfyller kravene i denne forordning og dens vedlegg

1. *Standarder som får anvendelse på laboratorier:*

EN ISO/IEC 17025, allmenne krav til kompetansen ved prøvings- og kalibreringslaboratorier.

Direktiv 2004/10/EF.

Rådskonklusjon 86/609/EØF.

2. *Standarder som får anvendelse på akkrediteringsorganer og myndigheter som fører tilsyn med god laboratoriepraksis:*

EN 45003, akkrediteringsordning for kalibrerings- og prøvingslaboratorier, allmenne krav til drift og godkjenning.

Direktiv 2004/9/EF.

VEDLEGG II

FORSØKSMETODER FOR BESTEMMELSE AV PRIMÆR BIOLOGISK NEDBRYTBARHET HOS OVERFLATEAKTIVE STOFFER I VASKE- OG RENGJØRINGSMIDLER

Primær biologisk nedbrytbarhet måles ved å fastsette det gjenværende nivå av opprinnelige overflateaktive stoffer i biologisk nedbrutte væsker. Dette vedlegg begynner med en oversikt over forsøksmetodene som er felles for alle klasser av overflateaktive stoffer, og deretter kommer det under overskriftene A-D en oversikt over de analytiske forsøksmetodene som gjelder spesifikt for hver enkelt klasse av overflateaktive stoffer.

For å oppfylle kravet skal nivået av primær biologisk nedbrytbarhet være minst 80 %, målt i samsvar med forsøksmetodene nedenfor.

Referansemetoden for laboratorieundersøkelse av overflateaktive stoffer i denne forordning bygger på metoden med bekreftende analyse i OECD-metoden, beskrevet i vedlegg VIII nr. 1. Endringer i metoden med bekreftende analyse kan tillates dersom de er i samsvar med EN ISO 11733.

Forsøksmetoder

- 1) OECD-metoden, offentliggjort i OECDs tekniske rapport av 11. juni 1976 om «Proposed Method for the Determination of the Biodegradability of Surfactants in Synthetic Detergents».
- 2) Metoden som brukes i Frankrike, godkjent ved «arrêté» av 24. desember 1987, offentliggjort i Journal officiel de la République française av 30. desember 1987, s. 15385, og ved standard NF 73-260 av juni 1981, offentliggjort av Association française de normalisation (AFNOR).
- 3) Metoden som brukes i Tyskland, fastsatt ved «Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln» av 30. januar 1977, offentliggjort i Bundesgesetzblatt 1977, del I, s. 244, som beskrevet i forordningen som endrer nevnte forordning av 4. juni 1986, offentliggjort i Bundesgesetzblatt 1986, del I, s. 851.
- 4) Metoden som brukes i Det forente kongerike kalt «Porous Pot Test», som er beskrevet i Technical Report No 70 (1978) fra Water Research Centre.
- 5) Metoden med bekreftende analyse i OECD-metoden, beskrevet i vedlegg VIII nr. 1 (herunder mulige endringer i driftsvilkår foreslått i EN ISO 11733). Dette er også referansemetoden som brukes ved tvisteløsning.

A. ANALYSEMETODER FOR ANIONISKE OVERFLATEAKTIVE STOFFER

Anioniske overflateaktive stoffer skal i forsøkene bestemmes ved hjelp av aktivt metylenblått stoff (MBAS-analyse) i samsvar med kriteriene fastsatt i vedlegg VIII nr. 2. For de anioniske overflateaktive stoffene som ikke reagerer på ovennevnte MBAS-metode, eller dersom det synes mer hensiktsmessig av hensyn til effektivitet eller nøyaktighet, skal egnede særlige instrumentelle analyser som høytrykksvæskeskromatografi (HPLC) eller gasskromatografi (GC) benyttes. Produsenten skal på anmodning stille prøver av det aktuelle overflateaktive stoffet i ren form til rådighet for vedkommende myndigheter i medlemsstatene.

B. ANALYSEMETODER FOR IKKE-IONISKE OVERFLATEAKTIVE STOFFER

Ikke-ioniske overflateaktive stoffer skal i forsøkene bestemmes ved hjelp av vismutaktivt stoff (BiAS-metoden) i samsvar med analysemetoden fastsatt i vedlegg VIII nr. 3.

For de ikke-ioniske overflateaktive stoffene som ikke reagerer på ovennevnte BiAS-metode, eller dersom det synes mer hensiktsmessig av hensyn til effektivitet eller nøyaktighet, skal egnede særlige instrumentelle analyser som HPLC eller GC benyttes. Produsenten skal på anmodning stille prøver av det aktuelle overflateaktive stoffet i ren form til rådighet for vedkommende myndigheter i medlemsstatene.

C. ANALYSEMETODER FOR KATIONISKE OVERFLATEAKTIVE STOFFER

Kationiske overflateaktive stoffer skal i forsøkene bestemmes ved hjelp av aktivt disulfonblått stoff (DBAS-analyse) i samsvar med følgende DBAS-metoder:

Metoden som brukes i Forbundsrepublikken Tyskland, (1989) DIN 38 409 — Ausgabe: 1989-07.

For de kationiske overflateaktive stoffene som ikke reagerer på ovennevnte forsøksmetode, eller dersom det synes mer hensiktsmessig av hensyn til effektivitet eller nøyaktighet (dette må grunngis), skal egnede særlige instrumentelle analyser som HPLC eller GC benyttes. Produsenten skal på anmodning stille prøver av det aktuelle overflateaktive stoffet i ren form til rådighet for vedkommende nasjonale myndigheter i medlemsstatene.

D. ANALYSEMETODER FOR AMFOTERE OVERFLATEAKTIVE STOFFER

Amfotere overflateaktive stoffer skal i forsøkene bestemmes ved analyse i samsvar med følgende metoder:

1. Dersom det ikke finnes kationiske overflateaktive stoffer:

Metoden som brukes i Forbundsrepublikken Tyskland, (1989) DIN 38 409-Teil 20.

2. Ellers:

Orange II-metoden (Boiteux, 1984).

For de amfotere overflateaktive stoffene som ikke reagerer på ovennevnte analyse, eller dersom det synes mer hensiktsmessig av hensyn til effektivitet eller nøyaktighet (dette må grunngis), skal egnede særlige instrumentelle analyser som HPLC eller GC benyttes. Produsenten skal på anmodning stille prøver av det aktuelle overflateaktive stoffet i ren form til rådighet for vedkommende myndigheter i medlemsstatene.

VEDLEGG III

FORSØKSMETODER FOR BESTEMMELSE AV FULLSTENDIG BIOLOGISK NEDBRYTBARHET (MINERALISERING) HOS OVERFLATEAKTIVE STOFFER I VASKE- OG RENGJØRINGSMIDLER

- A. Referansemetoden for laboratorieundersøkelse av overflateaktive stoffers fullstendige biologiske nedbrytbarhet i denne forordning bygger på standarden EN ISO 14593: 1999 (CO₂ headspace-forsøk).
- Overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler skal anses som biologisk nedbrytbare dersom nivået av biologisk nedbrytbarhet (mineralisering) målt i samsvar med en av følgende fem metoder⁽¹⁾ er minst 60 % innen 28 dager:
1. Standarden EN ISO 14593: 1999. Water quality. — Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium. — Method by analysis of inorganic carbon in sealed vessels (CO₂ headspace-forsøk). Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke. (Referansemetode).
 2. Metoden i del C 4 C i vedlegg V [karbondioksid (CO₂)-utvikling - modifisert Sturm-forsøk] til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke.
 3. Metoden i del C 4 E i vedlegg V (lukket flaske) til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke.
 4. Metoden i del C 4 i vedlegg V (manometrisk respirometri) til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke.
 5. Metoden i del C 4 F i vedlegg V (MITI: Ministry of International Trade and Industry-Japan) til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke.
- B. Avhengig av det overflateaktive stoffets fysiske egenskaper kan en av metodene oppført nedenfor benyttes dersom den er behørig begrunnet⁽²⁾. Det bør bemerkes at kravet på minst 70 % som benyttes for disse metodene, skal anses som likeverdig med kravet på minst 60 % i metodene oppført i bokstav A. Hvorvidt det er hensiktsmessig å benytte metodene oppført nedenfor, skal besluttes i hvert enkelt tilfelle ved bekreftelse, i samsvar med artikkel 5 i denne forordning.
1. Metoden i del C 4 A i vedlegg V (eliminering av oppløst organisk karbon (DOC) til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke. Kravet til biologisk nedbrytbarhet målt i samsvar med forsøket, skal være minst 70 % innen 28 dager.
 2. Metoden i del C 4 B i vedlegg V (modifisert OECD-screening-forsøk - eliminering av DOC) til direktiv 67/548/EØF: Det skal ikke foretas forbehandling. Prinsippet om tidagersvindu anvendes ikke. Kravet til biologisk nedbrytbarhet målt i samsvar med forsøket, skal være minst 70 % innen 28 dager.
- N.B. Alle de ovennevnte metodene, som er hentet fra rådsdirektiv 67/548/EØF, finnes også i publikasjonen «Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union», Part 2: «Testing Methods». European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.

⁽¹⁾ Disse fem metodene er fastlagt som de best egnede for overflateaktive stoffer.

⁽²⁾ DOC-metodene kan gi resultater om elimineringen, og ikke om den fullstendige biologiske nedbrytingen. Manometrisk respirometri og MITI vil i enkelte tilfeller ikke være egnede, siden den høye opprinnelige konsentrasjonen i forsøkene kan være hemmende.

VEDLEGG IV

UTFYLLENDE RISIKOVURDERING FOR OVERFLATEAKTIVE STOFFER I VASKE- OG RENGJØRINGSMIDLER

For de overflateaktive stoffene som det finnes en miljørisikovurdering for innenfor rammen av direktiv 93/67/EØF, forordning (EØF) nr. 793/93, forordning (EF) nr. 1488/94 eller tekniske veiledningsdokumenter, skal denne risikovurderingen ses i sammenheng med den utfyllende risikovurderingen som foretas innenfor rammen av denne forordning.

Dersom det er sannsynlig at det dannes vanskelig nedbrytbare metabolitter, skal den utfyllende risikovurderingen som foretas innenfor rammen av denne forordning, ses i sammenheng med vurderinger gjort på grunnlag av direktiv 93/67/EØF eller forordning (EØF) nr. 793/93. Dette skal vurderes i hvert enkelt tilfelle, særlig på grunnlag av resultatene av analysene nevnt i del 3.

Undersøkelsen skal omfatte vannmiljøet. Komiteen nevnt i artikkel 12 nr. 2 kan kreve tilleggsopplysninger i hvert enkelt tilfelle om særlige risikovurderingsspmål. Tilleggsopplysningene kan omfatte andre deler av miljøet, for eksempel slam fra renseanlegg og jord. En trinnvis metode skal følges for de opplysningene som kreves i den tekniske dokumentasjonen nevnt i artikkel 5 og 9. Dokumentasjonen skal minst inneholde opplysningene nevnt i nr. 1, 2 og 3 nedenfor.

Med sikte på å redusere antall forsøk mest mulig, og særlig unngå unødvendige dyreforsøk, skal det imidlertid bes om tilleggsundersøkelsene oppført i nr. 4.2.2 bare når disse opplysningene er nødvendige og står i forhold til innsatsen. Dersom det oppstår tvist med hensyn til omfanget av de tilleggsopplysningene som kreves, kan det treffes en beslutning etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.

Som angitt i artikkel 13 kan retningslinjene i dette vedlegg for beslutninger om unntak tilpasses ved behov på grunnlag av de erfaringene som er gjort.

1. *Det overflateaktive stoffets identitet (i samsvar med bestemmelsene fastsatt i del A i vedlegg VII til direktiv 67/548/EØF).*
 - 1.1. Navn
 - 1.1.1. Navn i IUPAC-nomenklaturen
 - 1.1.2. Andre navn
 - 1.1.3. CAS-nummer og CAS-navn (om tilgjengelig)
 - 1.1.4. EINECS-(¹) eller ELINCS-(²)nummer (om tilgjengelig)
 - 1.2. Molekyl- og strukturformel
 - 1.3. Det overflateaktive stoffets sammensetning
2. *Opplysninger om det overflateaktive stoffet*
 - 2.1. Mengde av det overflateaktive stoffet som brukes i vaske- og rengjøringsmidler
 - 2.2. Opplysningene om bruksmønster som gis i denne delen, skal være tilstrekkelig til å kunne foreta en tilnærmet, men realistisk beregning av funksjon og miljøets eksponering for det overflateaktive stoffet i forbindelse med bruken av det i vaske- og rengjøringsmidler. De skal omfatte:
 - brukens betydning (samfunnsmessig verdi),
 - bruksvilkår (utslippsscenario),
 - bruksmengde,
 - tilgang til alternativer og deres egnethet (bruksegenskaper og økonomiske hensyn),
 - vurdering av relevante miljøopplysninger.
3. *Opplysninger om mulige vanskelig nedbrytbare metabolitter*

Det skal framlegges opplysninger om giftighet hos væsker fra analysene. Dersom det ikke foreligger data om reststoffenes identitet, kan det bes om opplysningene nevnt i nr. 4.2.1, avhengig av den mulige risikoen, og av betydningen og mengden av det overflateaktive stoffet som brukes i vaske- og rengjøringsmidler. Ved uenighet om disse opplysningene kan det treffes en beslutning etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2.

(¹) Europeisk liste over eksisterende kjemiske stoffer på markedet.

(²) Europeisk liste over meldte kjemiske stoffer.

4. Tilleggsundersøkelser

4.1. Analyser av biologisk nedbrytbarhet

4.1.1. Forbehandlet podestoff

Alle forsøkene beskrevet i vedlegg III kan utføres med forbehandlet podestoff for å bevise at forbehandling er relevant for det overflateaktive stoffet.

4.1.2. Forsøk for bestemmelse av iboende biologisk nedbrytbarhet

Minst ett av forsøkene nevnt nedenfor skal være med:

- metoden i del C 12 i vedlegg V (endret SCAS-forsøk) til direktiv 67/548/EØF,
- metoden i del C 9 i vedlegg V (Zahn-Wellens) til direktiv 67/548/EØF.

Dersom kravet i forsøket for bestemmelse av iboende biologisk nedbrytbarhet ikke oppfylles, kan det tyde på mulighet for persistens, som generelt kan anses som tilstrekkelig til å forby omsetning av et slikt overflateaktivt stoff, unntatt i tilfeller der kriteriene fastsatt i artikkel 6 angir at det ikke finnes noen begrunnelse for å nekte unntak.

4.1.3. Simuleringsanalyser av biologisk nedbrytbarhet med aktivert slam

Følgende forsøk skal være med:

- metoden i del C 10 i vedlegg V (herunder mulige endringer i driftsvilkår som foreslått i EN ISO 11733) til direktiv 67/548/EØF.

Dersom et stoff ikke oppfyller kravet i simuleringsanalysen av biologisk nedbrytbarhet med aktivert slam, kan det tyde på mulighet for utslipp av metabolitter ved rensing av avløpsvann, som generelt kan anses som bevis for at det er nødvendig med en mer uttømmende risikovurdering.

4.2. Giftighetsprøving av væsker fra analyse av biologisk nedbryting

Opplysninger om giftighet i væsker fra analyser skal framlegges med hensyn til:

4.2.1. Kjemiske og fysiske forhold, for eksempel:

- metabolittens identitet (og analysemetodene som er brukt til å finne den),
- viktige fysiske/kjemiske egenskaper (vannløselighet, fordelingskoeffisienten oktanol/vann (Log Po/w o.l.).

4.2.2. Virkning på organismer. Forsøkene skal utføres i samsvar med prinsippene for god laboratoriepraksis.

Fisk: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 1 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF.

Dafnier: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 2 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF.

Alger: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 3 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF.

Bakterier: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 11 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF.

4.2.3. Nedbryting

Biotisk: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 5 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF.

Abiotisk: forsøket som anbefales, er forsøket i del C 7 i vedlegg V til direktiv 67/548/EØF. De opplysningene som skal framlegges, skal ta hensyn til både metabolittenes mulighet til biokonsentrasjon og deres fordeling i sedimentfasen.

Dersom noen metabolitter mistenkes for å ha hormonforstyrrende virkning, anbefales det dessuten å fastsette om disse vil kunne ha skadevirkning, så snart det foreligger validerte forsøk for vurdering av slike skadevirkninger.

N.B. Opplysninger om alle ovennevnte forsøk finnes også i «Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union», Part 2: «Testing Methods». European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.

VEDLEGG V

LISTE OVER OVERFLATEAKTIVE STOFFER SOM ER GITT UNNTAK

Følgende overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler, som oppfyller kravene ved analysene nevnt i vedlegg II, men som ikke oppfyller kravene ved analysemetodene nevnt i vedlegg III, kan bringes i omsetning ved unntak nevnt i artikkel 5 og etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 12 nr. 2:

Navn i IUPAC-nomenklaturen	EINECS- eller ELINCS-nummer	CAS-nummer og CAS-navn	Begrensninger

«EINECS» er forkortelsen for European Inventory of Existing Commercial Substances (Europeisk liste over eksisterende kjemiske stoffer på markedet). Denne listen inneholder den endelige listen over alle stoffer som var på fellesskapsmarkedet 18. september 1981.

«ELINCS» er listen over nye stoffer som definert i rådsdirektiv 92/32/EØF av 30. april 1992 om sjuende endring av direktiv 67/548/EØF om tilnærming av lover og forskrifter om klassifisering, emballering og merking av farlige stoffer⁽¹⁾.

VEDLEGG VI

LISTE OVER OVERFLATEAKTIVE STOFFER I VASKE- OG RENGJØRINGSMIDLER SOM ER FORBUDT ELLER UNDERLAGT BEGRENSNINGER

Det er fastslått at følgende overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler ikke oppfyller bestemmelsene i denne forordning:

Navn i IUPAC-NOMENKLATUREN	EINECS- eller ELINCS-NUMMER	CAS-NUMMER og CAS-NAVN	BEGRENSNINGER

«EINECS» er forkortelsen for European Inventory of Existing Commercial Substances (Europeisk liste over eksisterende kjemiske stoffer på markedet). Denne listen inneholder den endelige listen over alle stoffer som var på fellesskapsmarkedet 18. september 1981.

«ELINCS» er listen over nye stoffer som definert i direktiv 92/32/EØF.

⁽¹⁾ EFT L 154 av 5.6.1992, s. 1.

VEDLEGG VII

MERKING OG DATABLAD FOR BESTANDELER

A. Merking av innhold

Følgende bestemmelser om merking får anvendelse på emballasjen til vaske- og rengjøringsmidler som selges til allmennheten.

Følgende vektprosentintervaller:

- mindre enn 5 %,
- 5 % eller høyere, men mindre enn 15 %,
- 15 % eller høyere, men mindre enn 30 %,
- 30 % og mer,

skal brukes for å angi innholdet av bestanddelene oppført nedenfor, når de er tilsatt i en høyere konsentrasjon enn 0,2 vektprosent:

- fosfater,
- fosfonater,
- anioniske overflateaktive stoffer,
- kationiske overflateaktive stoffer,
- amfotere overflateaktive stoffer,
- ikke-ioniske overflateaktive stoffer,
- oksygenbaserte blekemidler,
- klorbaserte blekemidler,
- EDTA og salter av dette,
- NTA (nitrilotri-eddiksyre) og salter av dette,
- fenoler og halogenerte fenoler,
- paradiklorbenzen,
- aromatiske hydrokarboner,
- alifatiske hydrokarboner,
- halogenerte hydrokarboner,
- såpe,
- zeolitter,
- polykarboksylater.

Dersom følgende kategorier av bestanddeler er tilsatt, skal de oppføres uansett konsentrasjon:

- enzymer,
- desinfeksjonsmidler,
- optiske hvitgjøringsmidler,
- parfyme.

Dersom det er tilsatt konserveringsmidler, skal de oppføres uansett konsentrasjon, og om mulig skal den felles nomenklatur utarbeidet i henhold til artikkel 8 i rådsdirektiv 76/768/EØF av 27. juli 1976 om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om kosmetiske produkter⁽¹⁾, benyttes.

Dersom det tilsettes duftallergener som sådan i høyere konsentrasjoner enn 0,01 vektprosent, og disse står på listen over stoffer i del 1 i vedlegg III til direktiv 76/768/EØF, som endret ved europaparlaments- og rådsdirektiv 2003/15/EF⁽²⁾ for å ta med de allergiframkallende parfymebestanddelene fra listen som først ble fastsatt av Vitenskapskomiteen for kosmetiske produkter og for varer som ikke er næringsmidler (SCCNFP) i dens uttalelse SCCNFP/0017/98, skal de oppføres ved hjelp av nomenklaturen i nevnte direktiv, i likhet med alle andre duftstoffer som senere tilføyes i del 1 i vedlegg III til direktiv 76/768/EØF ved tilpasning av nevnte vedlegg til den tekniske utvikling.

Dersom SCCNFP senere fastsetter individuelle, risikobaserte konsentrasjonsgrenser for duftallergener, skal Kommissjonen foreslå at det i samsvar med artikkel 12 nr. 2 vedtas slike grenser for å erstatte grensen på 0,01 % nevnt ovenfor.

⁽¹⁾ EFT L 262 av 27.9.1976, s. 169. Direktivet sist endret ved kommisjonsdirektiv 2003/83/EF (EUT L 238 av 25.9.2003, s. 23).

⁽²⁾ EUT L 66 av 11.3.2003, s. 26.

Når det gjelder vaske- og rengjøringsmidler som er beregnet på bruk i industrien, og som ikke skal gjøres tilgjengelige for allmennheten, trenger ikke de ovennevnte kravene å oppfylles dersom tilsvarende opplysninger framlegges ved hjelp av tekniske datablad, sikkerhetsdatablad eller på lignende egnet måte.

B. Merking med opplysninger om dosering

I samsvar med artikkel 11 nr. 4 får følgende bestemmelser om merking anvendelse på emballasjen til vaske- og rengjøringsmidler som selges til allmennheten. Emballasjen til vaske- og rengjøringsmidler som selges til allmennheten beregnet på bruk som tekstilvaskemidler, skal være påført følgende opplysninger:

- anbefalte mengder og/eller doseringsanvisninger uttrykt i milliliter eller gram beregnet på en standard tøymengde, for bløtt, middels hardt og hardt vann, og for vaskeprogrammer med eller uten forvask,
- for stovaskemidler, antall maskinvasker med standard tøymengde av «normalt tilsmussede» tekstiler, og for finvaskemidler, antall maskinvasker med standard tøymengde av lett tilsmussede tekstiler, som kan vaskes med pakkens innhold når det brukes vann av middels hardhet, tilsvarende 2,5 millimol CaCO_3/l ,
- dersom et målebeger følger med, skal det angis i milliliter eller gram hvor mye det rommer, og det skal ha merking som angir riktig mengde vaske- eller rengjøringsmiddel for en standard tøymengde for bløtt, middels hardt og hardt vann.

En standard tøymengde er 4,5 kg tørre tekstiler for stovaskemidler og 2,5 kg tørre tekstiler for finvaskemidler i samsvar med definisjonene i kommisjonsvedtak 1999/476/EF av 10. juni 1999 om miljøkriteriene for tildeling av Fellesskapets miljømerke til vaskemidler⁽¹⁾. Et vaskemiddel skal anses for å være et stovaskemiddel med mindre produsentens reklame i all hovedsak framhever skånsom vask, dvs. vask ved lav temperatur, ømtålige fibrer og farger.

C. Datablad for bestanddeler

Følgende bestemmelser får anvendelse på angivelsen av bestanddeler på databladet nevnt i artikkel 9 nr. 3.

Databladet skal inneholde vaske- eller rengjøringsmiddelets og produsentens navn.

Alle bestanddeler skal angis; de skal angis i synkende rekkefølge etter vekt, og listen skal deles inn i følgende vektprosentintervaller:

- 10 % eller mer,
- 1 % eller høyere, men mindre enn 10 %,
- 0,1 % eller høyere, men mindre enn 1 %,
- mindre enn 0,1 %.

Urenheter skal ikke anses for å være bestanddeler.

Kjemisk betegnelse eller IUPAC-(²)navn, CAS-nummer og, dersom det foreligger, INCI-(³) navn, samt betegnelsen i Den europeiske farmakopé, skal angis for hver bestanddel.

D. Offentliggjøring av liste over bestanddeler

Produsentene skal gjøre databladet for bestanddeler nevnt ovenfor, tilgjengelig på et nettsted, bortsett fra følgende opplysninger:

- vektprosentintervaller,
- bestanddeler i parfymen og eteriske oljer,
- bestanddeler i fargestoffer.

Denne forpliktelsen gjelder ikke for vaske- og rengjøringsmidler til bruk i industrien og i institusjoner, som inneholder overflateaktive stoffer, eller overflateaktive stoffer i vaske- og rengjøringsmidler til bruk i industrien og i institusjoner, som det foreligger et teknisk datablad eller et sikkerhetsdatablad for.

⁽¹⁾ EFT L 187 av 20.7.1999, s. 52. Vedtaket sist endret ved vedtak 2003/200/EF (EUT L 76 av 22.3.2003, s. 25).

⁽²⁾ Den internasjonale union for ren og anvendt kjemi.

⁽³⁾ International Nomenclature Cosmetic Ingredient.

VEDLEGG VIII

FORSØKS- OG ANALYSEMETODER

Medlemsstatene skal anvende følgende forsøks- og analysemetoder ved kontroll av vaske- og rengjøringsmidler på markedet:

1. **Referansemetode (bekreftende analyse)**

1.1. *Definisjon*

Denne metoden beskriver en laboratoriemodell med aktivert slam + sekundær sedimentering som skal simulere kommunal rensing av avløpsvann. Vilkårene som beskrives, er vilkårene fra direktivene som kom før denne forordning. Det kan benyttes forbedrede driftsvilkår fra det nåværende utviklingstrinn i teknikken i forbindelse med denne forsøksmetoden, som beskrevet i EN ISO 11733.

1.2. *Nødvendig utstyr*

Målemetoden anvender et anlegg med aktivert slam, vist i figur 1 og i detalj i figur 2. Utstyret består av oppbevaringsbeholder A for syntetisk avløpsvann, doseringspumpe B, luftingsbeholder C, bunnfellingsbeholder D, trykkluftpumpe E for resirkulering av det aktiverte slamm og beholder F til oppsamling av det behandlede avløpsvannet.

Beholder A og F må enten være av glass eller et egnet plastmateriale og romme minst 24 liter. Pumpe B må sikre en konstant tilførsel av syntetisk avløpsvann til luftingsbeholderen; denne beholderen skal ved normal drift inneholde tre liter blandet væske. Et sintret luftingsapparat G er opphengt i beholder C øverst i kjeglen. Luftmengden som blåses gjennom luftingsbeholderen, skal kontrolleres ved hjelp av en strømningsmåler H.

1.3. *Syntetisk avløpsvann*

Syntetisk avløpsvann blir brukt i denne analysen. I én liter vann fra kranen oppløses:

- 160 mg pepton,
- 110 mg kjøttekstrakt,
- 30 mg urea, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$,
- 7 mg natriumklorid, NaCl,
- 4 mg kalsiumklorid, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 2 mg magnesiumsulfat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- 28 mg dikaliumhydrogenfosfat, K_2HPO_4 ,
- og 10 ± 1 mg av det overflateaktive stoffet.

Det syntetiske avløpsvannet skal framstilles daglig.

1.4. *Framstilling av prøver*

Ikke-sammensatte overflateaktive stoffer kan undersøkes uten forbehandling. Det aktive innholdet i prøver av overflateaktivt stoff må bestemmes for å kunne framstille det syntetiske avløpsvannet (1.3).

1.5. *Drift av utstyret*

Begynn med å fylle luftingsbeholder C og bunnfellingsbeholder D med syntetisk avløpsvann. Bunnfellingsbeholder D skal festes i en høyde slik at luftingsbeholder C inneholder tre liter. Innsprøyting skjer ved å tilsette 3 ml sekundært avløpsvann av god kvalitet, som nylig er oppsamlet fra et rensaneanlegg som overveiende behandler spillvann fra husholdninger. Avløpsvannet må oppbevares under aerobe forhold i perioden mellom oppsamling og bruk. Start luftingsapparatet G, trykkluftpumpen E og doseringspumpen B. Det syntetiske avløpsvannet må passere gjennom luftingsbeholder C med en hastighet på en liter per time, noe som gir en gjennomsnittlig retensjonstid på tre timer.

Tilførselen av luft bør justeres slik at innholdet i beholder C holdes konstant oppsløst, og konsentrasjonen av oppløst oksygen er minst 2 mg/l. Skumming må forhindres med egnede midler. Skumhindrende midler som hemmer det aktiverte slammets eller inneholder overflateaktive stoffer, må ikke brukes. Trykkluftpumpen E må justeres slik at det aktiverte slammets fra bunnfellingsbeholderen kontinuerlig og regelmessig resirkuleres til luftingsbeholder C. Slam som har samlet seg øverst i luftingsbeholder C, på bunnen av bunnfellingsbeholder D eller i slangene, må tilbakeføres i sirkulasjon minst én gang per dag ved hjelp av børster eller en annen egnet metode. Dersom slammets ikke bunnfeller seg, kan bunnfellingsevnen økes ved å tilsette 2 ml av en 5 % jernkloridløsning, noe som gjentas etter behov.

Avløpsvannet fra bunnfellingsbeholder D oppsamles i beholder F i 24 timer, og deretter tas det en prøve etter at det er rørt godt rundt. Beholder F rengjøres deretter grundig.

1.6. *Kontroll av måleutstyr*

Innholdet av overflateaktive stoffer (i mg/l) i det syntetiske avløpsvannet bestemmes umiddelbart før bruk.

Innholdet av overflateaktive stoffer (i mg/l) i avløpsvannet som samles opp i løpet av 24 timer i beholder F, bør analyseres etter samme metode umiddelbart etter oppsamling: ellers må prøvene konserveres, fortrinnsvis ved frysing. Konsentrasjonen må fastslås med en nøyaktighet på 0,1 mg/l overflateaktivt stoff.

For å kontrollere prosessens effektivitet måles, minst to ganger i uken, det kjemiske oksygenforbruket (COD) eller innholdet av oppløst organisk karbon (DOC) i avløpsvannet som har passert glassfiberfilteret og er oppsamlet i beholder F, og i det filtrerte syntetiske avløpsvannet i beholder A.

Reduksjonen av COD eller DOC bør flate ut når en noenlunde regelmessig daglig biologisk nedbryting av overflateaktivt stoff oppnås på slutten av innkjøringsfasen, vist i figur 3.

Innholdet av tørrstoff i det aktiverte slammets i luftingsbeholderen bør bestemmes to ganger i uken, i g/l. Dersom det inneholder mer enn 2,5 g/l, må det overskytende aktiverte slammets fjernes.

Nedbrytingsanalysen utføres ved romtemperatur; den skal være noenlunde konstant og holdes mellom 19 og 24 °C.

1.7. *Beregning av biologisk nedbrytbarhet*

Nedbrytbarheten av det overflateaktive stoffets uttrykt i prosent må beregnes daglig på grunnlag av innholdet av overflateaktive stoffer i mg/l i det syntetiske avløpsvannet og i det tilsvarende avløpsvannet som samles i beholder F.

De verdiene for nedbrytbarheten som er framkommet på denne måten, skal framstilles grafisk, slik som vist i figur 3.

Det overflateaktive stoffets nedbrytbarhet skal beregnes som det aritmetiske middeltall av verdiene som er oppnådd i løpet av de 21 dagene som følger innkjørings- og akklimatiseringsperioden, og i dette tidsrommet skal nedbrytbarheten ha vært regelmessig og driften av anlegget problemfritt. Innkjøringsperioden må ikke under noen omstendigheter vare lenger enn seks uker.

De daglige verdiene for nedbrytbarheten skal beregnes med en nøyaktighet på 0,1 %, mens det endelige resultat avrundes til nærmeste hele tall.

I visse tilfeller er det ikke nødvendig å ta så hyppige prøver, men minst 14 resultater som er oppnådd i løpet av de 21 dagene som følger innkjøringsperioden, skal brukes til å beregne middeltallet.

2. **Bestemmelse av anioniske overflateaktive stoffer ved analyser av biologisk nedbrytbarhet**

2.1. *Prinsipp*

Metoden er basert på at det kationiske fargestoffet metylenblått danner blå salter med anioniske overflateaktive stoffer (MBAS) som kan ekstraheres med triklormetan. For å unngå interferenser foretas ekstraksjonen først fra en alkalisk løsning, og ekstraktet ristes deretter sammen med en sur løsning av metylenblått. Absorbansen av den utskilte organiske fasen blir målt fotometrisk ved bølgelengden med maksimal absorpsjon, 650 nm.

2.2. *Reagenser og utstyr*

2.2.1. Bufferløsning pH 10

24 g natriumbikarbonat (NaHCO_3) (P.A.) og 27 g vannfritt natriumkarbonat (Na_2CO_3) (P.A.) løses i avionisert vann og fortynnes til 1 000 ml.

2.2.2. Nøytral løsning av metylenblått

0,35 g metylenblått (P.A.) løses i avionisert vann og fortynnes til 1 000 ml. Løsningen skal framstilles minst 24 timer før bruk. Absorbansen av den klare triklormetanfasen i blindprøven, målt i forhold til ren triklormetan, må ikke overskride 0,015 per cm lagtykkelse ved 650 nm.

2.2.3. Sur løsning av metylenblått

0,35 g metylenblått (P.A.) løses i 500 ml avionisert vann og blandes med 6,5 ml H₂SO₄ (d = 1,84 g/ml). Fortynnes til 1 000 ml med avionisert vann. Løsningen skal framstilles minst 24 timer før bruk. Absorbansen av den klare triklormetanfasen i blindprøven, målt i forhold til ren triklormetan, må ikke overskride 0,015 per cm lagtykkelse ved 650 nm.

2.2.4. Triklormetan (P.A.) nylig destillert

2.2.5. Dodecylbensensulfonsyremetylester

2.2.6. Etanolkaliumhydroksidløsning, KOH 0,1 M

2.2.7. Ren etanol, C₂H₅OH

2.2.8. Svovelsyre, H₂SO₄ 0,5 M

2.2.9. Fenolftaleinløsning

1 g fenolftalein løses i 50 ml etanol, og det tilsettes 50 ml avionisert vann under kontinuerlig omrøring. Eventuelt bunnfall filtreres vekk.

2.2.10. Saltsyre i metanol: 250 ml saltsyre (P.A.) og 750 ml metanol

2.2.11. Skilletrakt, 250 ml

2.2.12. Målekolbe, 50 ml

2.2.13. Målekolbe, 500 ml

2.2.14. Målekolbe, 1 000 ml

2.2.15. Rundbunnet kolbe med slipt glasspropp og tilbakeløpskjøler, 250 ml; kokestein

2.2.16. pH-meter

2.2.17. Fotometer til målinger ved 650 nm, med kuvetter på 1-5 cm

2.2.18. Grovporet filterpapir

2.3. *Framgangsmåte*

Prøvene som skal analyseres, må ikke tas gjennom et skumlag.

Etter at utstyret som skal brukes til analysen, er grundig rengjort med vann, må det skylles grundig med saltsyre i metanol (2.2.10) og deretter med avionisert vann før bruk.

Filtrer tilløps- og avløpsvann fra anlegget med aktivert slam umiddelbart etter at prøven er tatt. Kast de første 100 ml av filtratet.

Plasser en målt mengde av prøven, nøytralisert om nødvendig, i en 250 ml skilletrakt (2.2.11). Prøvemengden bør inneholde mellom 20 og 150 g MBAS. Dersom prøvens MBAS-innhold er lavt, kan opptil 100 ml av prøven brukes. Dersom det blir brukt mindre enn 100 ml, fortynnes prøven til 100 ml med avionisert vann. Til prøven tilsettes 10 ml bufferløsning (2.2.1), 5 ml nøytral løsning av metylenblått (2.2.2) og 15 ml triklormetan (2.2.4). Rist blandingen regelmessig og ikke altfor voldsomt i ett minutt. Etter faseskille overføres triklormetanlaget til en ny skilletrakt som inneholder 110 ml avionisert vann og 5 ml sur løsning av metylenblått (2.2.3). Rist blandingen i ett minutt. Hell triklormetanlaget gjennom et bomullsfiler som på forhånd er rengjort med alkohol og fuktet med triklormetan, over i en målekolbe (2.2.12).

Ekstraher de alkaliske og sure løsningene tre ganger og bruk 10 ml triklormetan til den andre og tredje ekstraksjon. De kombinerte triklormetanekestraktene filtreres gjennom samme bomullsfiler og fortynnes opp til merket i 50 ml-kolben (2.2.12) med den triklormetan som ble brukt til rensing av bomullen. Mål absorbansen til triklormetanløsningen med et fotometer ved 650 nm i kuvetter på 1-5 cm, i forhold til ren triklormetan. Under hele framgangsmåten foretas en blindprøve.

2.4. *Kalibreringskurve*

Lag en kalibreringsløsning på grunnlag av standardstoffet av dodecylbenzensulfonsyremetyler (tetrapropylentype, molekylvekt 340) etter forsåpning i kaliumsalt. MBAS beregnes som natriumdodecylbensulfonat (molekylvekt 348).

Bruk en pipette og vei opp 400-450 mg dodecylbenzensulfonsyremetyler (2.2.5), med en nøyaktighet på 0,1 mg, i en rundbunnet kolbe og tilsett 50 ml etanolkaliumhydroksidløsning (2.2.6) og litt kokestein. Når tilbakesløpskjøleren er montert, skal blandingen koke en time. Etter avkjøling vaskes kjøleapparatet og glassproppen med ca. 30 ml etanol, og denne vaskevæsken tilsettes innholdet i kolben. Titrer løsningen med svovelsyre med fenolftalein som indikator, til løsningen er fargeløs. Overfør denne løsningen til en 1 000 ml målekolbe (2.2.14), fortynn til merket med avionisert vann og bland.

En del av denne stamløsningen av overflateaktive stoffer fortynnes ytterligere. Ta ut 25 ml og overfør til en 500 ml målekolbe (2.2.13), fortynn til merket med avionisert vann og bland.

Denne standardløsningen inneholder:

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

der E er prøvens vekt i mg.

For å etablere kalibreringskurven tas det ut 1, 2, 4, 6 og 8 ml av stamløsningen, og hver porsjon fortynnes til 100 ml med avionisert vann. Følg deretter framgangsmåten beskrevet i nr. 2.3 (lag også en blindprøve).

2.5. *Beregning av resultater*

Innholdet av anioniske overflateaktive stoffer (MBAS) i prøven avleses på kalibreringskurven (2.4). MBAS-innholdet i prøven beregnes slik:

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

der V = prøvens volum i ml.

Resultatene uttrykkes som natriumdodecylbensulfonat (molekylvekt 348).

2.6. *Presentasjon av resultater*

Resultatene uttrykkes som MBAS mg/l med en nøyaktighetsgrad på 0,1.

3. **Bestemmelse av ikke-ioniske overflateaktive stoffer i væsker fra analyse av biologisk nedbryting**

3.1. *Prinsipp*

Overflateaktive stoffer konsentreres og isoleres ved hjelp av gass-stripping. I prøven som brukes, skal mengden av ikke-ioniske overflateaktive stoffer være mellom 250 og 800 µg.

Det overflateaktive stoffet som er resultatet av gass-strippingen, løses opp i etylacetat.

Etter faseskille og fordamping av løsemiddelet, bunnfelles det ikke-ioniske overflateaktive stoffet i en vannløsning med modifisert Dragendorff-reagens ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{iseddik}$).

Bunnfallet blir filtrert, vasket med iseddik og oppløst i en ammoniumtartratløsning. Vismut i løsningen titreres potensiometrisk med en pyrrolidinditiokarbamatløsning ved pH 4-5 ved hjelp av en polert platinaindikatorelektrode og en kalomel- eller sølv/sølvkloridelektrode som referanselektrode. Metoden er egnet for ikke-ioniske overflateaktive stoffer som inneholder 6-30 alkylensidgrupper.

Titreringsresultatet multipliseres med den empiriske faktor 54 for å omforme resultatet til referansestoffet nonylphenol som er kondensert med 10 mol etylenoksid (NP 10).

3.2. *Reagenser og utstyr*

Reagenser skal framstilles med avionisert vann.

3.2.1. Rent etylacetat, nylig destillert.

3.2.2. Natriumbikarbonat, NaHCO_3 P.A.

- 3.2.3. Fortynnet saltsyre [20 ml konsentrert syre (HCl) fortynnet til 1 000 ml med vann].
- 3.2.4. Metanol P.A., nylig destillert, oppbevares på glassflaske.
- 3.2.5. Bromkresolrødt, 0,1 g i 100 ml metanol.
- 3.2.6. Fellingsreagens: fellingsreagenset er en blanding av to volumdelere løsning A og en volumdel løsning B. Blandingen oppbevares i en brun flaske og kan brukes opptil én uke etter blanding.
- 3.2.6.1. Løsning A
- 1,7 g vismutnitrat, $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ P.A., løses i 20 ml iseddik og tilsettes vann til 100 ml. Deretter løses 65 g kaliumjodid P.A. i 200 ml vann. Bland de to løsningene i en 1 000 ml målekolbe, tilsett 200 ml iseddik (3.2.7) og fyll opp til 1 000 ml med vann.
- 3.2.6.2. Løsning B
- 290 g bariumklorid, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ P.A., løses i 1 000 ml vann.
- 3.2.7. Iseddik 99-100 % (lavere konsentrasjoner er ikke egnet).
- 3.2.8. Ammoniumtartratløsning: bland 12,4 g vinsyre P.A. og 12,4 ml ammoniakkløsning P.A. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) og fyll opp til 1 000 ml med vann (eller bruk tilsvarende mengde ammoniumtartrat P.A.).
- 3.2.9. Fortynnet ammoniakkløsning: 40 ml ammoniakkløsning P.A. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) fortynnet til 1 000 ml med vann.
- 3.2.10. Standard acetatbuffer: 40 g fast natriumhydroksid P.A. løses i 500 ml vann i et begerglass og avkjøles. Tilsett 120 ml iseddik (3.2.7). Løsningen blandes godt, avkjøles og helles over på en 1 000 ml målekolbe. Fyll opp med vann til merket.
- 3.2.11. Pyrrolidintiokarbamatløsning (kalles «karbatløsning»): 103 mg natriumpyrrolidintiokarbamat, $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, løses i ca. 500 ml vann, tilsett 10 ml n-amyalkohol P.A. og 0,5 g NaHCO_3 P.A. og fyll opp til 1 000 ml med vann.
- 3.2.12. Kobbersulfatløsning (til standardisering av 3.2.11).
- STAMLØSNING
- Bland 1,249 g kobbersulfat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ P.A., med 50 ml 0,5 M svovelsyre og fyll opp til 1 000 ml med vann.
- STANDARDLØSNING
- Bland 50 ml stamløsning med 10 ml 0,5 M H_2SO_4 og fyll opp til 1 000 ml med vann.
- 3.2.13. Natriumklorid P.A.
- 3.2.14. Gass-strippingsapparat (se figur 5).
- Diameteren på den sintrede skiven må være lik sylindereens indre diameter.
- 3.2.15. Skilletrakt, 250 ml.
- 3.2.16. Magnetrorer med 25-30 mm magnet.
- 3.2.17. Gooch-digel, diameter på den perforerte bunnplaten = 25 mm, type G4.
- 3.2.18. Runde glassfiberfiltre, 27 mm i diameter og med fiberdiameter på 0,3-1,5 μm .
- 3.2.19. To sugeflasker med adaptere og gummiringer på henholdsvis 500 og 250 ml.
- 3.2.20. Potensiometer med skriver og en polert platinaindikatorelektrode og en kalomel- eller sølv/sølvkloridelektrode som referanselektrode, med et 250 mV-område og en automatbyrette på 20-25 ml, eller tilsvarende utstyr som betjenes manuelt.

3.3. Metode

3.3.1. Konsentrering og separering av det overflateaktive stoffet

Filter den vandige prøven gjennom et grovporet filter. Kast de første 100 ml av filtratet.

I gass-strippingsapparatet som på forhånd er skylt med etylacetat, plasseres en målt mengde av prøven slik at den inneholder mellom 250 og 800 μg ikke-ionisk overflateaktivt stoff.

Tilsett 100 g natriumklorid og 5 g natriumbikarbonat for å forbedre separeringen.

Dersom volumet av prøven er større enn 500 ml, tilsettes disse saltene til gass-strippingsapparatet i fast form, og løses opp ved å blåse nitrogen og luft gjennom apparatet.

Dersom volumet av prøven er mindre, løses saltene opp i 400 ml vann som deretter helles i gass-strippingsapparatet.

Fyll på vann til den øverste stoppekranen.

100 ml etylacetat helles forsiktig på toppen av vannet.

Vaskeflasken i lufttilførselsledningen (nitrogen eller luft) fylles to tredels full med etylacetat.

Send en luftstrøm på 30-60 l/h gjennom gass-strippingsapparatet; det anbefales å bruke et rotameter. Lufthastigheten må økes gradvis i begynnelsen. Lufthastigheten må justeres slik at fasene er tydelig atskilt, for å redusere blandingen av fasene og etylacetatløsningen i vannet. Luftstrømmen stanses etter fem minutter.

Dersom volumet av den organiske fasen reduseres med mer enn 20 % ved oppløsning i vann, må operasjonen gjentas med redusert lufthastighet.

Hell den organiske fasen i en skilletrakt. Alt vann som er igjen i skilletrakten etter den vandige fasen — det skal være bare et par ml — helles tilbake i gass-strippingsapparatet. Filtrer etylacetatfasen gjennom et tørt grovporert filter over i et 250 ml begerglass.

Ytterligere 100 ml etylacetat tilsettes gass-strippingsapparatet og nitrogen eller luft blåses på nytt gjennom i fem minutter. Hell den organiske fasen i skilletrakten som ble brukt til den første separeringen, kast den vandige fasen og filtrer den organiske fasen gjennom det samme filteret som ble brukt til den første delen etylacetat. Skilletrakten og filteret skylles med ca. 20 ml etylacetat.

Etylacetatekstraktet fordampes til tørrhet over et vannbad (avtrekk). En svak luftstrøm blåses over overflaten av løsningen for å øke fordampningen.

3.3.2. Bunnfelling og filtrering

Det tørre reststoffet fra 3.3.1 løses opp i 5 ml metanol, tilsett 40 ml vann og 0,5 ml fortynnet HCl (3.2.3) og rør med en magnetrører.

Til denne løsningen tilsettes 30 ml fellingsreagens (3.2.6) fra en målesylinder. Bunnfallet dannes etter gjentatt omrøring. Etter omrøring i ti minutter, skal blandingen stå i minst fem minutter.

Filtrer blandingen gjennom en Gooch-digel, der bunnen er dekket med et glassfiberfilter. Vask først filteret under suging med ca. 2 ml iseddik. Begerglasset, magneten og digelen rengjøres deretter grundig med ca. 40-50 ml iseddik. Det er ikke nødvendig at bunnfallet fra sidene i begerglasset overføres kvantitativt til filteret, fordi løsningen av bunnfallet til titreringen returneres til begerglasset som brukes til bunnfelling, og det resterende bunnfallet vil da bli oppløst.

3.3.3. Oppløsning av bunnfallet

Bunnfallet i filterdigelen løses opp ved å tilsette varm ammoniumtartratløsning (ca. 80 °C) (3.2.8) i tre porsjoner hver på 10 ml. La hver porsjon stå noen minutter i digelen før den suges gjennom filteret og ned i kolben.

Innholdet i kolben helles over på begerglasset brukt til bunnfelling. Skyll sidene i begeret med ytterligere 20 ml tartratløsning for å løse opp det resterende bunnfallet.

Digelen, adapteren og sugokolben vaskes grundig med 150-200 ml vann, og dette vannet helles over på begerglasset som blir brukt til bunnfelling.

3.3.4. Titrering

Rør i løsningen med en magnetrører (3.2.16), tilsett et par dråper bromkresolrødt (3.2.5) og tilsett fortynnet ammoniakkløsning (3.2.9) til fargen blir blårød (løsningen er svakt sur fra rester av eddiksyren brukt til skylling).

Tilsett 10 ml standard acetatbuffer (3.2.10), senk elektrodene ned i løsningen og titrer potensiometrisk med standard «karbatløsning» (3.2.11) mens byrettespissen er nedsenket i løsningen.

Titreringshastigheten bør ikke være høyere enn 2 ml/min.

Ekvivalenspunktet er stedet der tangentene til vendepunktene på titreringskurven krysser hverandre.

Det kan observeres at buen på titreringskurven noen ganger flater ut; dette kan unngås ved en grundig rengjøring av platinaindikatorelektroden (ved å polere med smergelpapir).

3.3.5. Blindprøve

Samtidig skal det utføres en blindprøve gjennom hele framgangsmåten, der det brukes 5 ml metanol og 40 ml vann i samsvar med instruksjonene i 3.3.2. Titreringsvolumet til blindprøven bør ikke være over 1 ml, ellers kan det tyde på at reagensene (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10) ikke er rene nok, for eksempel på grunn av for stort innhold av tungmetaller, og de må erstattes av nye. Det må tas hensyn til blindprøven ved beregning av resultatene.

3.3.6. Kontroll av faktoren for «karbatløsningen»

Faktoren for karbatløsningen bestemmes hver dag før bruk. Det gjøres ved å titrere 10 ml kobbersulfatløsning (3.2.12) med «karbatløsning» etter tilsetting av 100 ml vann og 10 ml standard acetatbuffer (3.2.10). Dersom mengden som blir brukt, er a ml, er faktoren f :

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

og alle resultater av titringene multipliseres med denne faktoren.

3.4. Beregning av resultater

Alle ikke-ioniske overflateaktive stoffer har en egen faktor som avhenger av stoffets sammensetning, særlig lengden på alkenoksidkjeden. Konsentrasjonen av ikke-ioniske overflateaktive stoffer blir uttrykt i forhold til et standardstoff — en nonylfenol med ti etylenoksideneheter (NP 10) — som har omregningsfaktor 0,054.

Ved å bruke denne faktoren kan mengden av overflateaktivt stoff i prøven beregnes og uttrykkes som mg NP 10-ekvivalenter, på denne måten:

$$(b - c) \times f \times 0,054 = \text{mg ikke-ionisk overflateaktivt stoff, uttrykt som NP 10}$$

der

b = volumet av «karbatløsningen» som ble brukt i prøven (ml),

c = volumet av «karbatløsningen» som ble brukt i blindprøven (ml),

f = faktoren til «karbatløsningen».

3.5. Presentasjon av resultater

Resultatene uttrykkes i mg/l i form av NP 10 med en nøyaktighetsgrad på 0,1.

4. Forhåndsbehandling av anioniske overflateaktive stoffer som skal analyseres

4.1. Innledende merknader

4.1.1. Behandling av prøver

Anioniske overflateaktive stoffer og sammensatte vaske- og rengjøringsmidler skal behandles på følgende måte før biologisk nedbrytbarhet bestemmes ved bekreftende analyse:

Produkter	Behandling
Anioniske overflateaktive stoffer	Ingen
Sammensatte vaske- og rengjøringsmidler	Alkoholekstraksjon etterfulgt av separering av de anioniske overflateaktive stoffene ved ionebytting

Formålet med alkoholekstraksjonen er å eliminere de uøselige og uorganiske bestanddelene i handelsproduktet, som i visse tilfeller kan virke forstyrrende på analysen av den biologiske nedbrytbarheten.

4.1.2. Framgangsmåte for ionebytting

Isolering og separering av anioniske overflateaktive stoffer fra såpe, ikke-ioniske og kationiske overflateaktive stoffer er nødvendig for å oppnå riktig resultat ved bestemmelsen av den biologiske nedbrytbarheten.

Dette oppnås ved en ionebyttingsteknikk som bruker en makroporøs ionebytterharpiks og egnede elueringsmidler til fraksjonseluering. På denne måten kan såpe, anioniske og ikke-ioniske overflateaktive stoffer isoleres i en og samme prosess.

4.1.3. Analytisk kontroll

Etter homogenisering bestemmes konsentrasjonen av anioniske overflateaktive stoffer i det syntetiske vaske- eller rengjøringsmiddelet i samsvar med den analytiske MBAS-framgangsmåten. Såpeinnholdet bestemmes ved en passende analysemetode.

Denne analysen av produktene er nødvendig for å beregne hvor store mengder som kreves for å framstille fraksjoner for analysen av den biologiske nedbrytbarheten.

En kvantitativ ekstraksjon er ikke nødvendig; det bør imidlertid påses at minst 80 % av de anioniske overflateaktive stoffene blir ekstrahert. Normalt oppnås 90 % eller mer.

4.2. *Prinsipp*

Fra en homogen prøve (pulver, tyktflytende masse eller tørkede væsker) framstilles en etanolekstrakt som inneholder de overflateaktive stoffene, såpen og andre alkoholløselige bestanddeler som finnes i prøven av det syntetiske vaske- eller rengjøringsmiddelet.

Etanolekstrakten inndampes til tørrhet og løses opp i en blanding av isopropanol og vann, og løsningen som oppnås, sendes gjennom en blanding av en sterkt sur kationebytter og en makroporøs anionebytter, som er oppvarmet til 50 °C. Denne temperaturen er nødvendig for å unngå bunnfelling av eventuelle fettsyrer som finnes i det sure miljøet.

Eventuelle ikke-ioniske overflateaktive stoffer blir igjen i avløpsvannet.

Såpens fettsyrer skilles ut ved ekstraksjon med etanol som inneholder CO₂. De anioniske overflateaktive stoffene fås deretter som ammoniumsalter ved eluering med en isopropanol/vann-blanding av ammoniumbikarbonat. Disse ammoniumsaltene brukes i nedbrytingsanalysen.

Kationiske overflateaktive stoffer som kan virke forstyrrende på analysen av biologisk nedbrytbarhet og den analytiske framgangsmåten, elimineres av kationebytteren som er plassert over anionebytteren.

4.3. *Kjemikalier og utstyr*

4.3.1. Avionisert vann

4.3.2. Etanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (tillatt denatureringsmiddel: metyletylketon eller metanol)

4.3.3. Isopropanol/vann-blanding (50/50 v/v):

— 50 volumdeler isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, og

— 50 volumdeler vann (4.3.1)

4.3.4. Løsning av karbondioksid i etanol (omtrent 0,1 % CO₂): bruk et matingsrør med en innebygd sintet og før karbondioksid (CO₂) gjennom etanolen (4.3.2) i 10 minutter. Bruk bare nylig framstilte løsninger

4.3.5. Ammoniumbikarbonatløsning (60/40 v/v): 0,3 mol NH₄HCO₃ i 1 000 ml av en isopropanol/vann-blanding som består av 60 volumdeler isopropanol og 40 volumdeler vann (4.3.1)

4.3.6. Kationebytter (KAT), sterkt sur, motstandsdyktig mot alkohol (50-100 mesh)

4.3.7. Anionebytter (AAT), makroporøs, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) eller tilsvarende

4.3.8. Saltsyre, 10 % HCl (w/w)

4.3.9. 2 000 ml rundbunnet kolbe med slipt glasspropp og tilbakeløpskjøler

4.3.10. Sugefilter på 90 mm i diameter (som kan varmes opp) for papirfiltre

4.3.11. 2 000 ml sugeflaske

4.3.12. Ionebytterkolonner med varmekappe og hane: innerslange på 60 mm i diameter og 450 mm høy (se figur 4)

4.3.13. Vannbad

4.3.14. Vakuumtørkeovn

4.3.15. Termostat

4.3.16. Rotasjonsfordamper

4.4. *Framstilling av ekstrakt og separering av anioniske overflateaktive stoffer*

4.4.1. Framstilling av ekstrakt

Mengden overflateaktive stoffer som er nødvendig for analysen av biologisk nedbrytbarhet, er ca. 50 g MBAS.

Mengden av stoffet som skal ekstraheres, overskrider vanligvis ikke 1 000 g, men i noen tilfeller kan det være nødvendig å ekstrahere større mengder. Av praktiske grunner bør mengden av stoffet som skal brukes i analysen av biologisk nedbrytbarhet, begrenses til høyst 5 000 g.

Erfaring har vist at det er fordelaktig å bruke flere små ekstraksjoner i stedet for én stor. Ionebyttermengdene som er angitt, er ment for en arbeidskapasitet på 600-700 mmol av overflateaktive stoffer og såpe.

4.4.2. Isolering av alkoholløselige bestanddeler

250 g av det syntetiske vaske- eller rengjøringsmiddelet som skal analyseres, tilsettes 1 250 ml etanol, blandingen varmes opp til kokepunktet og kokes under omrøring og med tilbakekjøling i én time. Hell den varme alkoholløsningen raskt gjennom et grovporet sugefilter som er forhåndsvarmet til 50 °C. Vask flasken og sugefilteret med ca. 200 ml varm etanol. Samle filtratet og vaskevæsken i en sugeflaske.

For tykflytende masse eller flytende produkter som skal analyseres, skal prøven ikke inneholde mer enn 55 g anioniske overflateaktive stoffer og 35 g såpe. Denne veide prøven fordampes til tørrhet. Oppløs reststoffet i 2 000 ml etanol og følg framgangsmåten beskrevet ovenfor. Når det gjelder pulver med lav tetthet (< 300 g/l), anbefales det å øke etanolmengden til forholdet 20:1. Fordamp etanolfiltratet til tørrhet, helst ved hjelp av en rotasjonsfordamper. Gjenta operasjonen dersom det er behov for en større mengde ekstrakt. Oppløs reststoffet i 5 000 ml isopropanol/vann-blanding.

Framstilling av ionebytterkolonner

4.4.3. KATIONEBYTTERKOLONNE

Hell 600 ml kationebytterharpiks (4.3.6) i et 3 000 ml begerglass og tilsett 2 000 ml saltsyre (4.3.8). La blandingen stå i minst to timer og rør om av og til.

Dekanter syren og overfør ionebytterharpiksen til kolonnen (4.3.12) ved hjelp av avionisert vann. Kolonnen bør ha en propp av glassull.

Vask kolonnen med avionisert vann med en hastighet på 10-30 ml/min, til eluaten er kloridfritt.

Vannet fortreges ved hjelp av 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (4.3.3) som tilsettes med en hastighet på 10-30 ml/min. Ionebytterkolonnen er nå klar til bruk.

ANIONEBYTTERKOLONNE

Hell 600 ml anionebytterharpiks (4.3.7) i et 3 000 ml begerglass og tilsett 2 000 ml avionisert vann.

La harpiksen stå og svulle i minst to timer.

Overfør ionebytterharpiksen til kolonnen ved hjelp av avionisert vann. Kolonnen bør ha en propp av glassull.

Vask kolonnen med 0,3 M ammoniumbikarbonatløsning (4.3.5) til eluaten er kloridfritt. Dette krever ca. 5 000 ml løsning. Vask igjen med 2 000 ml avionisert vann. Vannet fortreges ved hjelp av 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (4.3.3) som tilsettes med en hastighet på 10-30 ml/min. Ionebytterkolonnen er nå i OH-form og klar til bruk.

4.4.4. Framgangsmåte for ionebytting

Kople ionebytterkolonnene slik at kationebytterkolonnen er plassert oppå anionebytterkolonnen.

Varm opp ionebytterkolonnene til 50 °C ved hjelp av en termostat.

5 000 ml av løsningen som ble framstilt under 4.4.2, varmes opp til 60 °C og føres gjennom ionebytterkolonnene med en hastighet på 20 ml/min. Vask kolonnene med 1 000 ml varm isopropanol/vann-blanding (4.3.3).

KAT-kolonnen frakoples for å isolere de anioniske overflateaktive stoffene (MBAS). Eluer fettsyrene i såpen fra KAT-kolonnen ved å bruke 5 000 ml etanol/CO₂-løsning ved 50 °C (4.3.4). Kast eluatet.

Deretter elueres MBAS fra AAT-kolonnen med 5 000 ml ammoniumbikarbonatløsning (4.3.5). Eluatet indampes til tørrhet over et dampbad eller i en rotasjonsfordamper.

Reststoffet inneholder det ønskede MBAS (som ammoniumsalt) og eventuelle ikke-overflateaktive anioner som ikke har noen skadelig innvirkning på analysen av biologisk nedbrytbarhet. Tilsett avionisert vann i reststoffet til en spesifisert mengde er nådd og mål MBAS-innholdet i en delmengde. Løsningen brukes som standardløsning av de anioniske syntetiske vaske- og rengjøringsmidlene for analysen av biologisk nedbrytbarhet. Løsningen bør oppbevares ved en romtemperatur som er lavere enn 5 °C.

Regenerering av ionebytterharpikser

4.4.5. Kationebytteren kastes etter bruk.

Anionebytterharpiksen regenereres ved å helle en tilleggsmengde av ammoniumbikarbonatløsning (4.3.5) ned kolonnen med en hastighet på ca. 10 ml/min, til eluatet ikke inneholder anioniske overflateaktive stoffer (metylenblåttanalyse).

Hell deretter 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (4.3.3) ned anionebytteren for å vaske den. Anionebytteren er igjen klar til bruk.

Forhåndsbehandling av ikke-ioniske overflateaktive stoffer som skal analyseres

5. Innledende merknader

5.1. *Behandling av prøver*

5.1.1. Ikke-ioniske overflateaktive stoffer og sammensatte vaske- og rengjøringsmidler skal behandles på følgende måte før biologisk nedbrytbarhet bestemmes ved bekreftende analyse:

Formålet med alkoholekstraksjonen er å eliminere de uløselige og uorganiske bestanddelene i handelsproduktet, som i visse tilfeller kan virke forstyrrende på analysen av den biologiske nedbrytbarheten.

Produkter	Behandling
Ikke-ioniske overflateaktive stoffer	Ingen
Sammensatte vaske- og rengjøringsmidler	Alkoholekstraksjon etterfulgt av separering av de ikke-ioniske overflateaktive stoffene ved ionebytting

Framgangsmåte for ionebytting

5.1.2. Isolering og separering av ikke-ioniske overflateaktive stoffer fra såpe, anioniske og kationiske overflateaktive stoffer, er nødvendig for å oppnå riktig resultat ved bestemmelsen av den biologiske nedbrytbarheten.

Dette oppnås ved en ionebyttingsteknikk som bruker en makroporøs ionebytterharpiks og egnede elueringsmidler til fraksjonseluering. På denne måten kan såpe, anioniske og ikke-ioniske overflateaktive stoffer isoleres i en og samme prosess.

Analytisk kontroll

5.1.3. Etter homogenisering bestemmes konsentrasjonen av anioniske og ikke-ioniske overflateaktive stoffer i vaske- eller rengjøringsmiddelet i samsvar med den analytiske MBAS- og BiAS-framgangsmåten. Såpeinnholdet bestemmes ved en passende analysemetode.

Denne analysen av produktet er nødvendig for å beregne hvor store mengder som kreves for å framstille fraksjoner for analyser av den biologiske nedbrytbarheten.

En kvantitativ ekstraksjon er ikke nødvendig; det bør imidlertid påses at minst 80 % av de ikke-ioniske overflateaktive stoffene blir ekstrahert. Normalt oppnås 90 % eller mer.

5.2. *Prinsipp*

Fra en homogen prøve (pulver, tykttflytende masse eller tørkede væsker) framstilles en etanolekstrakt som inneholder de overflateaktive stoffene, såpen og andre alkoholløselige bestanddeler som finnes i prøven av vaske- eller rengjøringsmiddelet.

Etanolekstrakten inndampes til tørrhet og løses opp i en blanding av isopropanol og vann, og løsningen som oppnås, sendes gjennom en blanding av en sterkt sur kationebytter og en makroporøs anionebytter, som er oppvarmet til 50 °C. Denne temperaturen er nødvendig for å unngå bunnfelling av eventuelle fettsyrer som finnes i det sure miljøet. De ikke-ioniske overflateaktive stoffene fås ved å fordampe avløpsvannet.

Kationiske overflateaktive stoffer som kan virke forstyrrende på nedbrytingsanalysen og den analytiske framgangsmåten, elimineres av kationebytteren som er plassert over anionebytteren.

5.3. *Kjemikalier og utstyr*

5.3.1. Avionisert vann

5.3.2. Etanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (tillatt denatureringsmiddel: metyletylketon eller metanol)

5.3.3. Isopropanol/vann-blanding (50/50 v/v):

— 50 volumdeler isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, og

— 50 volumdeler vann (5.3.1)

5.3.4. Ammoniumbikarbonatløsning (60/40 v/v):

0,3 mol NH₄HCO₃ i 1 000 ml av en isopropanol/vann-blanding som består av 60 volumdeler isopropanol og 40 volumdeler vann (5.3.1)

5.3.5. Kationebytter (KAT), sterkt sur, motstandsdyktig mot alkohol (50-100 mesh)

5.3.6. Anionebytter (AAT), makroporøs, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) eller tilsvarende

5.3.7. Saltsyre, 10 % HCl w/w

5.3.8. 2 000 ml rundbunnet kolbe med slipt glasspropp og tilbakeløpskjøler

5.3.9. Sugefilter på 90 mm i diameter (som kan varmes opp) for papirfiltre

5.3.10. 2 000 ml sugeflaske

5.3.11. Ionebytterkolonner med varmekappe og hane: innerslange på 60 mm i diameter og 450 mm høy (se figur 4)

5.3.12. Vannbad

5.3.13. Vakuumbørstevn

5.3.14. Termostat

5.3.15. Rotasjonsfordamper

5.4. *Framstilling av ekstrakt og separering av ikke-ioniske overflateaktive stoffer*

5.4.1. Framstilling av ekstrakt

Mengden overflateaktive stoffer som er nødvendig for nedbrytingsanalysen, er ca. 25 g BiAS.

Ved framstilling av ekstrakter for nedbrytingsanalyser, bør mengden av produktet som skal brukes, begrenses til høyst 2 000 g. Det kan derfor bli nødvendig å gjenta operasjonen to eller flere ganger for å oppnå en mengde som er tilstrekkelig for nedbrytingsanalysene.

Erfaring har vist at det er fordelaktig å bruke flere små ekstraksjoner i stedet for én stor.

5.4.2. Isolering av alkoholløselige bestanddeler

250 g av det syntetiske vaskemiddelet som skal analyseres, tilsettes 1 250 ml etanol, og blandingen varmes opp til kokepunktet og kokes under omrøring og med tilbakekjøling i én time. Hell den varme alkoholløsningen raskt gjennom et grovporet sugefilter som er forhåndsvarmet til 50 °C. Vask flasken og sugefilteret med ca. 200 ml varm etanol. Samle filtratet og vaskevæsken i en sugeflaske.

Ved analyse av masse eller flytende produkter skal prøven ikke inneholde mer enn 25 g anioniske overflateaktive stoffer og 35 g såpe. Denne veide prøven fordampes til tørrhet. Oppløs reststoffet i 500 ml etanol og følg framgangsmåten beskrevet ovenfor.

Når det gjelder pulver med lav tetthet (< 300 g/l), anbefales det å øke etanolmengden til forholdet 20:1.

Fordamp etanolfiltratet til fullstendig tørrhet, helst ved hjelp av en rotasjonsfordamper. Gjenta operasjonen dersom det er behov for en større mengde ekstrakt. Oppløs reststoffet i 5 000 ml isopropanol/vann-blanding.

5.4.3. Framstilling av ionebytterkolonner

KATIONEBYTTERKOLONNE

Hell 600 ml kationebytterharpiks (5.3.5) i et 3 000 ml begerglass og tilsett 2 000 ml saltsyre (5.3.7). La blandingen stå i minst to timer og rør om av og til.

Dekanter syren og overfør ionebytterharpiksen til kolonnen (5.3.11) ved hjelp av avionisert vann. Kolonnen bør ha en propp av glassull. Vask kolonnen med avionisert vann med en væskehastighet på 10-30 ml/min, til eluatet er kloridfritt.

Vannet fortreges ved hjelp av 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (5.3.3) som tilsettes med en hastighet på 10-30 ml/min. Ionebytterkolonnen er nå klar til bruk.

ANIONEBYTTERKOLONNE

Hell 600 ml anionebytterharpiks (5.3.6) i et begerglass og tilsett 2 000 ml avionisert vann. La harpiksen stå og svulle i minst to timer. Overfør ionebytterharpiksen til kolonnen ved hjelp av avionisert vann. Kolonnen bør ha en propp av glassull.

Vask kolonnen med 0,3 M ammoniumbikarbonatløsning (5.3.4) til eluatet er kloridfritt. Dette krever ca. 5 000 ml løsning. Vask igjen med 2 000 ml avionisert vann.

Vannet fortreges ved hjelp av 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (5.3.3) som tilsettes med en hastighet på 10-30 ml/min. Ionebytterkolonnen er nå i OH-form og klar til bruk.

5.4.4. Framgangsmåte for ionebytting

Kople ionebytterkolonnene slik at kationebytterkolonnen er plassert oppå anionebytterkolonnen. Varm opp ionebytterkolonnene til 50 °C ved hjelp av en termostat. 5 000 ml av løsningen som ble framstilt under 5.4.2, varmes opp til 60 °C og føres gjennom ionebytterkolonnene med en hastighet på 20 ml/min. Vask kolonnene med 1 000 ml varm isopropanol/vann-blanding (5.3.3).

For å isolere de ikke-ioniske overflateaktive stoffene må filtratet og vaskevæsken samles opp og indampes til tørrhet, fortrinnsvis ved hjelp av en rotasjonsfordamper. Reststoffet inneholder det ønskede BiAS. Tilsett avionisert vann til en spesifisert mengde er nådd og mål BiAS- innholdet i en delmengde. Løsningen brukes som standardløsning av ikke-ioniske overflateaktive stoffer for nedbrytingsanalysen. Løsningen bør oppbevares ved en temperatur som er lavere enn 5 °C.

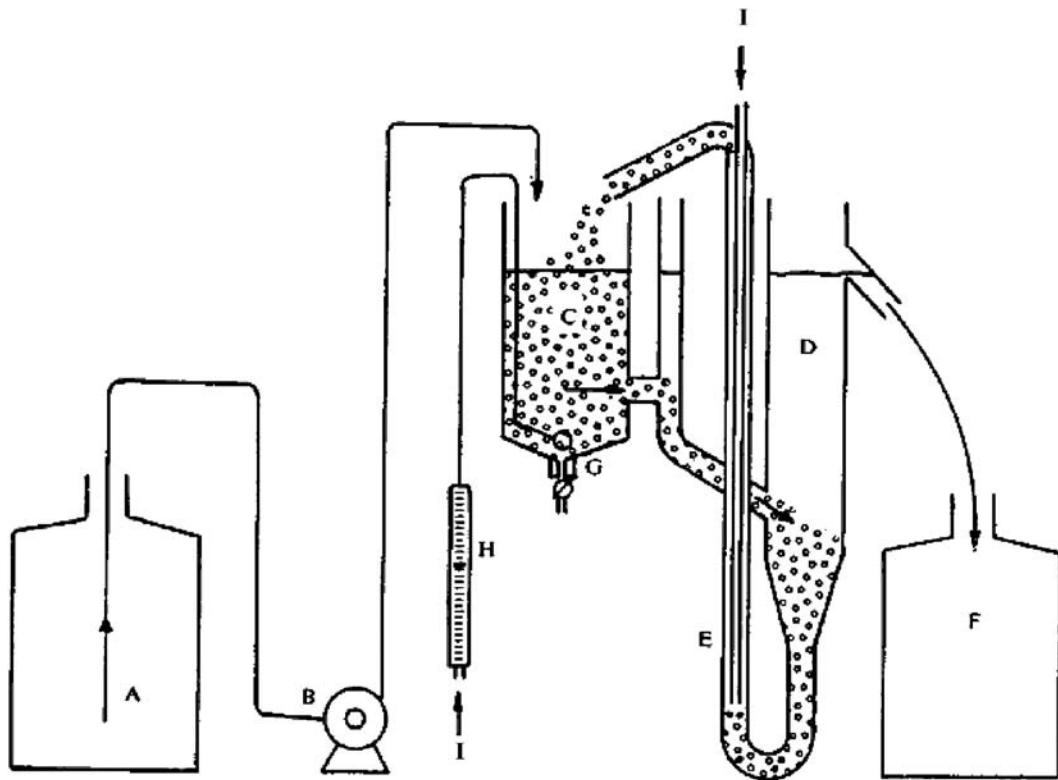
5.4.5. Regenerering av ionebytterharpikser

Kationebytteren kastes etter bruk.

Anionebytterharpiksen regenereres ved å helle ca. 5 000-6 000 ml ammoniumbikarbonatløsning (5.3.4) ned kolonnen med en hastighet på ca. 10 ml/min, til eluatet ikke inneholder anioniske overflateaktive stoffer (metylenblåttanalyse). Hell deretter 2 000 ml isopropanol/vann-blanding (5.3.3) ned anionebytteren for å vaske den. Anionebytteren er igjen klar til bruk.

Figur 1

Anlegg med aktivert slam: oversikt

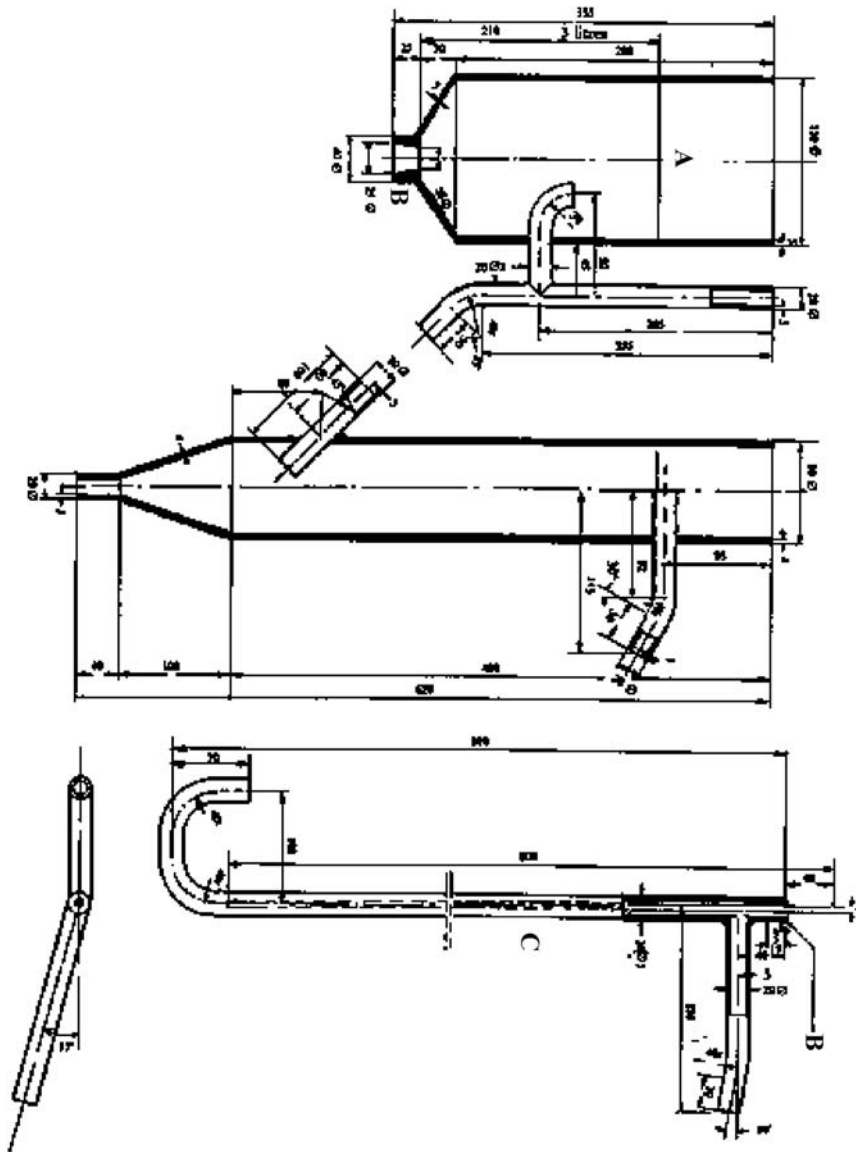


- A Oppbevaringsbeholder
- B Doseringspumpe
- C Luftingsbeholder (kapasitet tre liter)
- D Bunnfellingsbeholder
- E Trykkluftpumpe
- F Oppsamlingsbeholder
- G Sintret luftingsapparat
- H Luftstrømningsmåler
- I Luft

Figur 2

Anlegg med aktivert slam: detaljoversikt

(alle mål er oppgitt i millimeter)



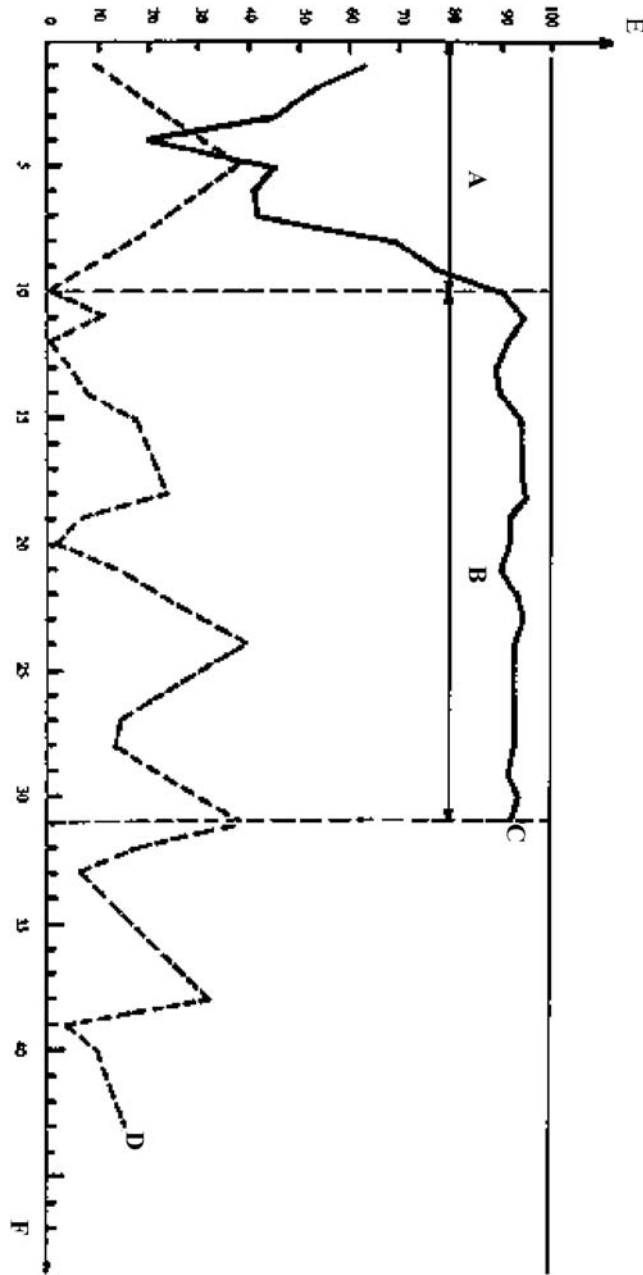
A Væskeniå

B Hard PVC

C Glass eller vanntett plast (hard PVC)

Figur 3

Beregning av biologisk nedbrytbarhet — Bekreftende analyse

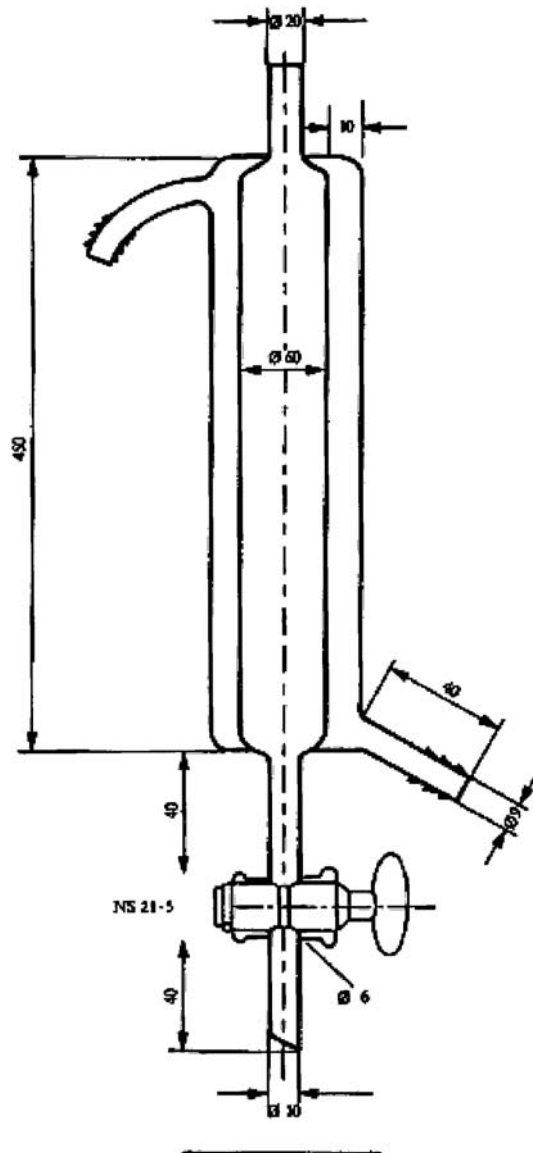


- A Innkjøringsperiode
- B Beregningsperiode (21 dager)
- C Overflateaktivt stoff med stor nedbrytbarhet
- D Overflateaktivt stoff med liten nedbrytbarhet
- E Biologisk nedbrytbarhet (%)
- F Tidsrom (dager)

Figur 4

Oppvarmet ionebytterkolonne

(alle mål er oppgitt i millimeter)



Figur 5
 Gass-strippingsapparat
 (alle mål er oppgitt i millimeter)

