

32004R0648

8.4.2004

URADNI LIST EVROPSKE UNIJE

L 104/1

UREDBA (ES) št. 648/2004 EVROPSKEGA PARLAMENTA IN SVETA
z dne 31. marca 2004
o detergentih
(Besedilo velja za EGP)

EVROPSKI PARLAMENT IN SVET EVROPSKE UNIJE STA –

ob upoštevanju pogodbe o ustanovitvi Evropske skupnosti in zlasti člena 95 Pogodbe,

ob upoštevanju predloga Komisije,

ob upoštevanju mnenja evropskega Ekonomsko-socialnega odbora ⁽¹⁾,

v skladu s postopkom, določenim v členu 251 Pogodbe ⁽²⁾,

ob upoštevanju naslednjega:

- (1) Direktive Sveta 73/404/EGS z dne 22. novembra 1973 o približevanju zakonodaje držav članic v zvezi z detergenti ⁽³⁾, 73/405/EGS z dne 22. novembra 1973 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi s preskusnimi metodami biorazgradljivosti anionskih površinsko aktivnih snovi ⁽⁴⁾, 82/242/EGS z dne 31. marca 1982 o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi s preskusnimi metodami biološke razgradljivosti neionskih površinsko aktivnih snovi ⁽⁵⁾, 82/243/EGS z dne 31. marca 1982 o spremembi Direktive 73/405/EGS o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi s preskusnimi metodami biološke razgradljivosti anionskih površinsko aktivnih snovi ⁽⁶⁾ in

86/94/EGS z dne 10. marca 1986 o drugi spremembi Direktive 73/404/EGS o približevanju zakonodaj držav članic v zvezi z detergenti ⁽⁷⁾ so bile večkrat bistveno spremenjene. Zaradi jasnosti in racionalizacije je zaželeno, da bi bile zadevne določbe preoblikovane tako, da bi bile vse združene v enem samem besedilu. Priporočilo Komisije 89/542/EGS z dne 13. septembra 1989 ⁽⁸⁾, kar zadeva določbe o označevanju glede detergentov in sredstev za čiščenje, bi bilo tudi treba vključiti v en sam pravni akt.

- (2) Ker države članice ne morejo zadovoljivo uresničiti cilja te uredbe, namreč zagotoviti notranjega trga z detergenti, če ni skupnih tehničnih meril v vsej Skupnosti in ker se da ta cilj bolje uresničiti na ravni Skupnosti, lahko Skupnost sprejme ukrepe v skladu z načelom subsidiarnosti, kot je naveden v členu 5 Pogodbe. V skladu z načelom sorazmernosti, kot je naveden v tem členu, ta uredba predvideva le to, kar je potrebno za doseganje tega cilja. Uredba je primeren pravni instrument, ker nalaga neposredno izdelovalcem natančne zahteve, ki jih je treba izpolniti istočasno in na enak način v vsej Skupnosti; na področju tehnične zakonodaje je potrebna enotna uporaba v državah članicah in to se da zajamčiti samo z uredbo.

- (3) Potrebna je nova opredelitev detergentov, ki bi zajela enakovredne uporabe in sledila razvoj na ravni držav članic.

- (4) Treba je uvesti opredelitev površinsko aktivne snovi, ki je manjkala v obstoječi zakonodaji.

- (5) Pomembno je podati jasen in natančen opis ustreznih vrst biorazgradljivosti.

- (6) Ukrepi v zvezi z detergenti bi morali biti sprejeti zato, da zagotovijo delovanje notranjega trga in preprečijo omejevanje konkurence v Skupnosti.

⁽¹⁾ UL C 95, 23.4.2003, str. 24.

⁽²⁾ Mnenje Evropskega parlamenta z dne 10. aprila 2003 (še ni bilo objavljeno v Uradnem listu), skupno stališče Sveta z dne 4. novembra 2003 (UL C 305 E, 16.12.2003, str. 11) in stališče Evropskega parlamenta z dne 14. januarja 2004 (še ni bilo objavljeno v Uradnem listu). Sklep Sveta z dne 11. marca 2004.

⁽³⁾ UL L 347, 17.12.1973, str. 51. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 807/2003 (UL L 122, 16.5.2003, str. 36).

⁽⁴⁾ UL L 347, 17.12.1973, str. 53. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 82/243/EGS (UL L 109, 22.4.1982, str. 11).

⁽⁵⁾ UL L 109, 22.4.1982, str. 1.

⁽⁶⁾ UL L 109, 22.4.1982, str. 18.

⁽⁷⁾ UL L 80, 25.3.1986, str. 51.

⁽⁸⁾ UL L 291, 10.10.1989, str. 55.

- (7) Kot je potrjeno v Beli knjigi Komisije v zvezi s strategijo prihodnje politike na področju kemikalij, bi ustrezni ukrepi glede detergentov morali zagotoviti visoko raven varstva okolja, zlasti vodnega okolja.
- (8) Za detergente že sedaj veljajo nekatere določbe Skupnosti v zvezi z njihovo izdelavo, pravilnim ravnanjem, uporabo in označevanje, zlasti tiste, ki se nanašajo na Priporočilo Komisije 89/542/EGS in Priporočilo Komisije 98/480/ES z dne 22. julija 1988 o dobri okoljevarstveni praksi v zvezi z detergenti za pranje perila v gospodinjstvu ⁽¹⁾; Direktiva 1999/45/ES Evropskega parlamenta in Sveta z dne 31. maja 1999 o približevanju zakonov in drugih predpisov držav članic v zvezi z razvrščanjem, pakiranjem in označevanjem nevarnih pripravkov ⁽²⁾ velja tudi za detergente.
- (9) Dimetil dioktadecil amonijev klorid (DTDMAC) in nonilfenol (vključno z derivati etoksilatov –APEs) so prednostne snovi, v zvezi s katerimi se na ravni Skupnosti izvajajo dejavnosti ocenjevanja tveganja, v skladu z Uredbo Sveta (EGS) št. 793/93 z dne 23. marca 1993 o ocenjevanju in nadzoru tveganj obstoječih snovi preveriti skladnost z uradnim prevodom te uredbe ⁽³⁾ in zato bi bilo treba priporočiti in izvajati potrebne primerne strategije za omejitve tveganj izpostavljenosti tem snovem v okviru drugih določb Skupnosti.
- (10) Obstoječa zakonodaja o biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi v detergentih zajema le primarno biorazgradljivost ⁽⁴⁾ in se uporablja samo za anionske ⁽⁵⁾ in neionske ⁽⁶⁾ površinsko aktivne snovi; zato bi jo bilo treba nadomestiti z novo zakonodajo, ki bi dala glavni poudarek končni biorazgradljivosti in bi se odzivala na pomembna vprašanja v zvezi z možno strupenostjo obstojnih razgradnih produktov.
- (11) To zahteva uvedbo novega niza preskusov na podlagi standardov EN ISO in OECD - smernic, ki urejajo dodelitev neposrednega dovoljenja za dajanje detergentov v promet.
- (12) Da bi bila zagotovljena visoka raven varstva okolja, detergenti, ki ne izpolnjujejo zahtev, določenih v tej uredbi, ne bi smela biti dana v promet.
- (13) Dne 25. novembra 1999 je Znanstveni odbor za strupenost, strupenost za ekosisteme in okolje uskladiti naziv odbora s prevodom v drugih besedilih podal mnenje o biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi v detergentih in o pomembnosti preskusnih metod za upravni nadzor na tem področju.
- (14) Obstoječe zahteve glede primarne biorazgradljivosti bi se morale ohraniti na drugem nivoju in bi morale biti dopolnjene z dodatno oceno tveganja pri tistih površinsko aktivnih snoveh, ki niso uspešno prestale preskusov končne biorazgradljivosti; poleg tega površinsko aktivne snovi, ki niso uspešno prestale preskusov primarne biorazgradljivosti, ne bi smele dobiti dovoljenja za promet z odstopanjem.
- (15) Zahteve glede primarne biorazgradljivosti bi se morale razširiti na vse površinsko aktivne snovi, zlasti na kationske in amfoterične, pri čemer se omogoči uporabe instrumentalnih analiz v tistih primerih, v katerih semi-specifične analize niso ustrezne.
- (16) Določitev preskusnih metod biorazgradljivosti in vodenje seznamov odstopanj so tehnične zadeve in bi jih bilo treba pregledovati ob upoštevanju tehničnih in znanstvenih dosežkov kot tudi pravnega razvoja.
- (17) Preskusne metode bi morale zagotoviti podatke, ki bi nudili zadostno zagotovilo za aerobno biorazgradljivost površinsko aktivnih snovi v detergentih.
- (18) Metode za preskus biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi v detergentih lahko dajo spremenljive rezultate. V takšnih primerih bi morale biti dopolnjene z dodatnimi ocenjevanji, ki bi omogočili določitev tveganja pri nadaljnji uporabi.
- (19) Treba bi bilo tudi vnesti določbe, ki bi v izjemnih primerih omogočile dajanje v promet površinsko aktivnih snovi v detergentih, ki niso uspešno prestale preskusov končne biorazgradljivosti in to bi se obravnavalo na osnovi vseh pomembnih podatkov, tako da se zagotovi varstvo okolja, in za vsak primer posebej.
- (20) Ukrepi, potrebni za izvajanje te uredbe, bi morali biti sprejeti v skladu s Sklepom Sveta 1999/468/ES z dne 28. junija 1999 o določitvi postopkov za izvajanje izvedbenih pooblastil, dodeljenih Komisiji ⁽⁷⁾.

⁽¹⁾ UL L 215, 1.8.1998, str. 73.

⁽²⁾ UL L 200, 30.7.1999, str. 1. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003 Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 284, 31.10.2003, str. 1).

⁽³⁾ UL L 84, 5.4.1993, str. 1. Uredba, kakor je bila spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003.

⁽⁴⁾ Direktivi 73/404/EGS in 86/94/EGS.

⁽⁵⁾ Direktivi 73/405/EGS in 82/243/EGS.

⁽⁶⁾ Direktiva 82/242/EGS.

⁽⁷⁾ UL L 184, 17.7.1999, str. 23.

- (21) Treba je spomniti, da se uporablja druga horizontalna zakonodaja za površinsko aktivne snovi v detergentih, zlasti Direktiva Sveta 76/769/EGS z dne 27. julija 1976 o približevanju zakonov in drugih predpisov držav članic v zvezi z omejitvami trženja in uporabe nekaterih nevarnih snovi in pripravkov ⁽¹⁾, s katerimi se trženje in uporaba nevarnih snovi in pripravkov, zajetih v tej uredbi, lahko prepove ali omeji, Direktiva Sveta 67/548/EGS z dne 27. junija 1967 o približevanju zakonov in drugih predpisov v zvezi z razvrščanjem, pakiranjem in označevanje nevarnih snovi ⁽²⁾, Direktiva Komisije 93/67/EGS z dne 20. julija 1993 o določitvi načel za oceno tveganj, ki jih za ljudi in okolje predstavljajo snovi, prijavljene v skladu z Direktivo Sveta 67/548/EGS ⁽³⁾, Uredba (EGS) št. 793/93 ter Uredba Komisije (ES) št. 1488/94 z dne 28. junija 1994 o določitvi načel za oceno tveganj za ljudi in okolje, ki jih predstavljajo obstoječe snovi ⁽⁴⁾; Direktiva 98/8/ES Evropskega parlamenta in Sveta z dne 16. februarja 1998 o dajanju biocidnih proizvodov v promet ⁽⁵⁾; Direktiva 2004/10/ES Evropskega parlamenta in Sveta z dne 11. februarja 2004 o uskladitvi zakonov in drugih predpisov v zvezi z uporabo načel dobre laboratorijske prakse in preverjanjem njihove uporabe za preskuse na kemičnih snoveh (kodificirana različica) ⁽⁶⁾; Direktiva 2004/9/ES Evropskega parlamenta in Sveta z dne 11. februarja 2004 o nadzoru in preverjanju dobre laboratorijske prakse (DLP)(kodificirana različica) ⁽⁷⁾ ter Direktiva Sveta 86/609/EGS z dne 24. novembra 1986 o približevanju zakonov in drugih predpisov držav članic v zvezi z zaščito živali, ki se jih uporablja za preskuse in v druge znanstvene namene ⁽⁸⁾.
- (22) Izdelovalci bi morali biti odgovorni za to, da ne dajejo v promet detergentov, ki niso v skladu s to uredbo in da dajo pristojnim organom na voljo tehnično dokumentacijo za vse snovi in pripravke, ki jih zajema ta uredba; to bi se moralo nanašati tudi na površinsko aktivne snovi, ki niso uspešno prestale preskusov, navedenih v Prilogi III.
- (23) Izdelovalci bi morali imeti možnost, da zaprosijo Komisijo za odstopanje, ta pa bi morala imeti možnost, da takšno odstopanje odobri v skladu s postopkom iz člena 12(2).
- (24) Pristojni organi držav članic bi morali biti sposobni uporabiti nadzorne ukrepe za detergente, dane v promet, vendar pa bi se morali izogibati ponavljanju preskusov, ki so jih izvršili pristojni laboratoriji.
- (25) Treba bi bilo obdržati obstoječe določbe o označevanju detergentov, vključno s tistimi iz Priporočila 89/542/EGS, ki so vključene v to uredbo zato, da se uresniči cilj posodobitve pravil o detergentih. Uvede se posebno označevanje s katerim se obvešča potrošnike o dišavnih snoveh in konzervansih, ki so prisotni v detergentih. Zdravstveno osebje bi moralo imeti možnost, da na zahtevo pridobi od izdelovalca popoln seznam vseh sestavin detergenta, ki bi jim pomagal raziskati, ali obstaja vzročna zveza med razvojem alergijskih reakcij in izpostavljenostjo neki določeni kemični snovi, države članice pa bi morale imeti možnost zahtevati, da je takšen seznam na voljo tudi posebnemu javnemu organu, določenemu za dajanje podatkov zdravstvenemu osebju.
- (26) Vse zgoraj navedene točke zahtevajo zamenjavo obstoječe zakonodaje z novo zakonodajo; vendar države članice lahko za določeno obdobje še naprej uporabljajo svoje obstoječe predpise.
- (27) Tehnične priloge k tej uredbi bi morale biti prilagojene v skladu s postopkom iz člena 12(2).
- (28) Detergentom, ki so v skladu s to uredbo, se dovoli, brez poseganja v druge ustrezne določbe Skupnosti, da se jih da v promet.
- (29) Da bi bilo zagotovljeno varstvo ljudi in okolja pred nepredvidenimi tveganji v zvezi z detergenti, je potrebna zaščitna določba.
- (30) Preskusi, določeni za ugotavljanje biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi, bi se morali izvajati v laboratorijih, ki izpolnjujejo mednarodno priznane standarde in sicer EN/ISO/IEC/17025 ali načela dobre laboratorijske prakse; te zahteve pa ne bi bilo upravičeno zahtevati za obstoječe površinsko aktivne snovi, v kolikor so bile te snovi preskušene po metodah, ki so bile na voljo pred začetkom veljavnosti zgoraj navedenega standarda in v kolikor ti preskusi še vedno zagotavljajo primerljivo raven znanstvene kakovosti.

⁽¹⁾ UL L 262, 27.9.1976, str. 201. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo Komisije 2004/21/ES (UL L 57, 25.2.2004, str. 4).

⁽²⁾ UL L 196, 16.8.1967, str. 1. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 807/2003.

⁽³⁾ UL L 227, 8.9.1993, str. 9.

⁽⁴⁾ UL L 161, 29.6.1994, str. 3.

⁽⁵⁾ UL L 123, 24.4.1998, str. 1. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Uredbo (ES) št. 1882/2003.

⁽⁶⁾ UL L 50, 20.2.2004, str. 44.

⁽⁷⁾ UL L 50, 20.2.2004, str. 28.

⁽⁸⁾ UL L 358, 18.12.1986, str. 1. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo 2003/65/ES Evropskega parlamenta in Sveta (UL L 230, 16.9.2003, str. 32).

- (31) Vprašanja, ki se nanašajo na anaerobno biorazgradnjo, biorazgradnjo glavnih organskih sestavin detergentov, ki niso površinsko aktivne ter na vsebnost fosfatov ki jih ta uredba ne obravnava, bi morala Komisija preučiti in, če je upravičeno, predložiti predlog Evropskemu parlamentu in Svetu. Do nadaljnje uskladitve smejo države članice obdržati ali določiti nacionalna pravila glede zgoraj navedenih vprašanj.
- (32) Pet direktiv in Priporočilo Komisije, ki so navedeni v uvodni izjavi (1) in ki jih ta uredba nadomesti, bi moralo biti razveljavljenih –

- „sredstva za mehčanje tkanin“, namenjena spreminjanju otipa tkanin v postopkih, ki dopolnjujejo pranje tkanin;
- „pripravki za čiščenje“, namenjeni za univerzalna gospodinjska čistila in/ali druge vrste čiščenja površin (npr. materiali, proizvodi, stroji, strojne naprave, prevozna sredstva in pripadajoča oprema, instrumenti, aparati itd.);
- „drugi pripravki za čiščenje in pranje“, namenjeni za vse druge postopke pranja in čiščenja.

2. „Pranje“ pomeni čiščenje perila, tkanin, posode in drugih trdih površin.

3. „Čiščenje“ ima pomen, opredeljen z EN ISO 862.

4. „Snov“ pomeni kemične elemente in njihove spojine v naravnem stanju ali pridobljene v katerem koli proizvodnem postopku, vključno z vsemi potrebnimi dodatki za ohranjanje obstojnosti izdelkov ter nečistočami, ki izhajajo iz uporabljenega postopka, izključuje pa vsa topila, ki se jih da ločiti, ne da bi to prizadelo obstojnost snovi ali spremenilo njeno sestavo.

5. „Pripravek“ pomeni mešanico ali raztopino, sestavljeno iz dveh ali več snovi.

6. „Površinsko aktivna snov“ pomeni katero koli organsko snov in/ali pripravek, ki se uporablja v detergentih, ki ima površinsko aktivne lastnosti in ki jo sestavljajo ena ali več hidrofilnih in ena ali več hidrofobnih skupin takšne vrste in velikosti, da lahko zmanjša površinsko napetost vode in oblikuje razširjajoče se ali adsorpcijske enojne plasti na stiku vode in zraka ter emulzije in/ali mikroemulzije in/ali micle ter omogoči adsorpcijo na stiku vode in trdne snovi.

7. „Primarna biorazgradnja“ pomeni strukturno spremembo (preobrazbo) površinsko aktivne snovi z mikroorganizmi, ki ima za posledico izgubo površinsko aktivnih lastnosti zaradi razgradnje primarne snovi in posledično izgubo površinsko aktivne lastnosti, izmerjene s preskusnimi metodami, navedenimi v Prilogi II.

8. „Končna aerobna biorazgradnja“ pomeni stopnjo biorazgradnje, dosežene takrat, ko mikroorganizmi v prisotnosti kisika popolnoma razgradijo površinsko aktivno snov, kar ima za posledico njen razpad na ogljikov dioksid, vodo in mineralne soli vseh drugih prisotnih elementov (mineralizacija), izmerjen s preskusnimi metodami, navedenimi v Prilogi III ter na nove, mikrobiološke celične sestavine (biomasa).

9. „Dajanje v promet“ pomeni uvajanje izdelka na trg Skupnosti, s čimer ta postane dostopen tretjim strankam, bodisi v zameno za plačilo ali ne. Uvoz na carinsko območje Skupnosti se upošteva kot dajanje v promet.

SPREJELA NASLEDNJO UREDBO:

Člen 1

Cilji in obseg

1. Ta uredba vsebuje predpise, namenjene doseganju prostega pretoka detergentov in površinsko aktivnih snovi za detergente na notranjem trgu, pri čemer istočasno zagotavlja visoko stopnjo varstva okolja in zdravja ljudi.

2. V ta namen ta uredba usklajuje naslednje predpise za dajanje v promet detergentov in površinsko aktivnih snovi za detergente:

- biorazgradljivost površinsko aktivnih snovi v detergentih,
- omejitve ali prepovedi za površinsko aktivne snovi zaradi biorazgradljivosti,
- dodatno označevanje detergentov, vključno z dišavnimi alergeni, ter
- podatke, ki jih izdelovalci morajo dati na voljo pristojnim organom držav članic in zdravstvenemu osebju.

Člen 2

Opredelitve

Za namen te uredbe:

1. „Detergent“ pomeni vsako snov ali pripravek, ki vsebuje mila in/ali druge površinsko aktivne snovi, namenjene za postopke pranja in čiščenja. Detergenti so lahko v katerikoli obliki (tekočina, prašek, pasta, paličica, pogača, ulit ali oblikovan kos itd.) in se lahko dajejo v promet ali uporabljajo v gospodinjstvu, ustanovah ali industriji.

Ostali izdelki, ki jih je treba upoštevati kot detergenti, so:

- „Pomožni pralni pripravki“, predvideni za namakanje (predpranje), splakovanje ali beljenje oblačil, hišnega perila itd.;

10. „Izdelovalec“ pomeni fizično ali pravno osebo, odgovorno za dajanje detergenta ali površinsko aktivne snovi za detergent v promet; še zlasti se šteje za izdelovalca proizvajalec, uvoznik, oseba, ki skrbi za pakiranje/embalira za svoj račun ali katera koli oseba, ki spreminja lastnosti detergenta ali površinsko aktivne snovi za detergent ali oblikuje ali spreminja njihovo označevanje. Distributer, ki ne spreminja lastnosti, označevanja ali embalaže detergenta ali površinsko aktivne snovi za detergent, se ne šteje za izdelovalca, razen če deluje kot uvoznik.
11. „Zdravstveno osebje“ pomeni registriranega zdravnika ali osebo, ki dela pod vodstvom registriranega zdravnika in deluje na področju nege bolnikov, postavljanja diagnoze ali predpisovanja zdravljenja in ki je zavezan poklicni molčečnosti.
12. „Detergent za industrijo in ustanove“ pomeni detergent za pranje in čiščenje zunaj gospodinjstvenega področja, ki ga izvaja specializirano osebje z uporabo posebnih izdelkov.

Člen 3

Dajanje v promet

1. Kadar so detergenti in površinsko aktivne snovi za detergente iz člena 1 dana v promet, morajo izpolnjevati pogoje, lastnosti in omejitve, določene v tej uredbi in njenih prilogah in, če ustreza, Direktivo 98/8/ES ter vso drugo ustrezno zakonodajo Skupnosti. Površinsko aktivne snovi, ki so tudi aktivne snovi v smislu Direktive 98/8/ES in ki se uporabljajo kot razkužila, so izvzete iz določb Prilog II, III, IV in VIII te uredbe pod pogojem:

- (a) da so navedene v Prilogi I ali IA k Direktivi 98/8/ES; ali
- (b) da so sestavine biocidnih proizvodov, dovoljenih v skladu s členom 15(1) ali 15(2) Direktive 98/8/ES; ali
- (c) da so sestavine biocidnih proizvodov, dovoljenih v skladu s prehodnimi ukrepi ali so predmet obravnave v skladu z desetletnim delovnim programom, predvidenim v členu 16 Direktive 98/8/ES.

Sicer pa takšne površinsko aktivne snovi veljajo za razkužila, detergenti, v katerih se ta razkužila nahajajo kot sestavine, pa so zavezana določbam o označevanju razkužil iz Priloge VII A.

2. Izdelovalci detergentov in/ali površinsko aktivnih snovi za detergente morajo imeti sedež v Skupnosti.

3. Izdelovalci so odgovorni za skladnost detergentov in/ali površinsko aktivnih snovi za detergente z določbami te uredbe in njenih prilog.

Člen 4

Omejitve, ki temeljijo na biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi

1. Na podlagi te uredbe se površinsko aktivne snovi in detergenti, ki vsebujejo površinsko aktivne snovi in ki izpolnjujejo merila za končno aerobno biorazgradnjo, kakor so določena v Prilogi III, lahko dajo v promet brez nadaljnjih omejitev glede biorazgradljivosti.

2. Če detergent vsebuje površinsko aktivne snovi, katerih stopnja končne aerobne biorazgradnje je nižja od stopnje, določene v Prilogi III, lahko izdelovalci detergentov za industrijo ali ustanove, ki vsebujejo površinsko aktivne snovi in/ali površinsko aktivne snovi za detergenti za industrijo ali ustanove, zaprosijo za odstopanje. Zahtevki za odobritev odstopanja se predložijo in rešujejo v skladu s členi 5, 6 in 9.

3. Za vse površinsko aktivne snovi v detergentih, ki niso uspešno opravile preskusov končne aerobne biorazgradnje se izmeri stopnja primarne biorazgradljivosti. Za površinsko aktivne snovi v detergentih, pri katerih je stopnja primarne biorazgradljivosti nižja od stopnje, določene v Prilogi II, se odstopanje ne odobri.

Člen 5

Odobritev odstopanja

1. Zahtevki izdelovalca za odobritev odstopanja se predložijo tako, da izdelovalec pošlje vlogo pristojnemu organu ustrezne države članice, navedenem v členu 8(1) in Komisiji, s katero predloži dokazila v zvezi z merili, navedenimi v členu 6(1). Države članice lahko pogojujejo izpolnitev zahtevka za odobritev odstopanja s plačilom pristojbine pristojnemu organu države članice. Takšne morebitne pristojbine se določijo na nediskriminatoren način in ne presegajo stroškov obravnavanja vloge.

2. Vloge vsebujejo tehnično dokumentacijo, ki vsebuje vse podatke in utemeljitve, potrebne za ocenitev varnostnih vidikov, povezanih s posebno uporabo površinsko aktivnih snovi v detergentih, ki ne izpolnjujejo omejitev glede biorazgradljivosti, kot so navedene v Prilogi III.

Poleg rezultatov preskusov, določenih v Prilogi III, tehnična dokumentacija vsebuje podatke in rezultate preskusov, predvidenih v Prilogah II in IV.

Preskusi, določeni v Prilogi IV, točka 4, se izvršijo na osnovi stopenjskega pristopa. Stopenjski pristop se opredeli s tehničnimi smernicami, ki se sprejmejo v skladu s postopkom iz člena 12(2) do 8. aprila 2007. Ta dokument s smernicami tudi določi, kadar je to primerno, tiste preskuse, pri katerih se uporabijo načela dobre laboratorijske prakse.

3. Pristojni organ države članice, ki sprejme vloge za odobritev odstopanja v skladu z odstavkoma 1 in 2, pregleda zahteve, oceni njihovo izpolnjevanje pogojev za odobritev odstopanja in obvesti Komisijo o rezultatih v roku šestih mesecev od prejema popolne vloge.

Če se zdi pristojnemu organu države članice potrebno zaradi ocene tveganja, ki ga lahko povzroči snov in/ali pripravek, zahteva v treh mesecih od prejema vloge dodatne podatke, preveritev in/ali potrditvene preskuse v zvezi s temi snovmi in/ali pripravki ali njihovimi spremenjenimi proizvodi, o katerih je bil obveščen ali o katerih je prejel podatke v skladu s to uredbo. Rok, dan pristojnemu organu države članice za ocenitev dokumentacije, začne teči šele takrat, ko je dokumentacija dopolnjena z dodatnimi podatki. Če zahtevani podatki niso predloženi v roku 12 mesecev, se vloga obravnava kot nepopolna in s tem neveljavna. V takšnem primeru se člen 6(2) ne uporabi.

Če se iščejo dodatni podatki o metabolitih, bi bilo treba uporabiti strategije preskušanja po fazah, da bi se zagotovila čim večja uporaba preskusnih metod in vitro ter drugih preskusnih metod brez uporabe živali.

4. Zlasti na osnovi ocene, ki jo izvrši država članica, lahko Komisija odobri odstopanje v skladu s postopkom iz člena 12(2). Če je pred odobritvijo takšnega odstopanja potrebno, Komisija dodatno oceni elemente, navedene v odstavku 3 tega člena. Svojo odločitev sprejme v roku 12 mesecev od prejema ocene države članice, razen v primeru člena 5(4) in (6) Sklepa 1999/468/ES, ko je rok 18 mesecev.

5. Takšna odstopanja lahko dovolijo, omejijo ali strogo omejijo dajanje v promet in uporabo površinsko aktivnih snovi kot sestavin v detergentih, kar je odvisno od rezultatov dodatne ocene tveganja, opredeljene v Prilogi IV. Lahko vključujejo dobo postopne opustitve dajanja v promet in uporabe površinsko aktivnih snovi kot sestavin v detergentih. Komisija lahko ponovno pregleda odstopanje, takoj ko ima na voljo podatke, ki bi upravičili pomembno revizijo tehnične dokumentacije, ki je bila vključena v vlogo za odobritev odstopanja. V ta namen izdelovalec predloži Komisiji, na zahtevo, tehnično dokumentacijo, ki je bila dopolnjena v zvezi s postavkami, navedenimi v Prilogi IV, točka 2. Na osnovi teh dopoljenih podatkov se Komisija lahko odloči, da podaljša, spremeni ali odpove odstopanje. Odstavki 1 do 4 in 6 iz tega člena ter člen 6 se uporabljajo smiselno.

6. Komisija objavi seznam površinsko aktivnih snovi, ki so pridobile odstopanje, z ustreznimi pogoji ali omejitvami uporabe, kot je predvideno v Prilogi V.

Člen 6

Pogoji za odobritev odstopanja

1. Ko Komisija odloča o odobritvi odstopanja, to dela v skladu s postopkom iz člena 12(2) in na osnovi naslednjih meril:

- prevladujoča uporaba bolj v nizko disperzivnih uporabah kot v široko disperzivnih uporabah,
- uporaba samo v specifični uporabi industrije in/ali ustanov,
- tveganje za okolje ali zdravje, ki ga predstavlja obseg prodaje in način uporabe v vsej Skupnosti, je majhno v primerjavi s socialno-ekonomskimi prednostmi, vključno z varnostjo prehrane in higienskimi standardi.

2. Dokler se Komisija ne odloči v zvezi z zahtevkom za odobritev odstopanja, se zadevna površinsko aktivna snov lahko še naprej daje v promet in uporablja, pod pogojem da izdelovalec lahko dokaže, da se je površinsko aktivna snov na trgu Skupnosti že uporabljala na datum začetka veljavnosti te uredbe in da je bil zahtevek za odobritev odstopanja predložen v roku dveh let od tega datuma.

3. Če Komisija zavrne odobritev odstopanja, to stori v roku 12 mesecev od prejema ocene, navedene v členu 5(3), ki jo pošlje država članica, razen v primeru člena 5(4) in (6) Sklepa 1999/468/ES, ko je rok 18 mesecev. Lahko določi prehodno obdobje, v katerem se dajanje v promet in uporaba površinsko aktivne snovi postopno opušča. Ta prehodna doba ne presega dveh let od datuma odločitve Komisije.

4. Komisija objavi v Prilogi VI seznam površinsko aktivnih snovi, ki so bile ugotovljene kot neskladne s to uredbo.

Člen 7

Preskusi površinsko aktivnih snovi

Vsi preskusi iz členov 3 in 4 ter Prilog II, III, IV in VIII se izvajajo v skladu s standardi, navedenimi v Prilogi I.1 ter v skladu z zahtevami za preskušanje iz člena 10(5) Uredbe (EGS) št. 793/93. V ta namen je dovolj, da se uporabi bodisi standard EN ISO/IEC ali načela dobre laboratorijske prakse, razen pri tistih preskusih, pri katerih so načela dobre laboratorijske prakse določena kot obvezna. V primerih, ko se uporabijo površinsko aktivne snovi v detergentih, ki so bila dana v promet pred začetkom veljavnosti zgoraj navedenega standarda, se obstoječi preskusi, ki so bili izvršeni z uporabo najboljših razpoložljivih znanstvenih dognanj in v skladu s standardi, primerljivimi s standardi, navedenimi v Prilogi I, lahko sprejmejo za vsak primer posebej. Izdelovalec ali država članica lahko predložita Komisiji vsak primer, v zvezi s katerim obstaja dvom ali spor. V tem primeru se sprejme odločitev v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2).

Člen 8

Naloge držav članic

1. Države članice določijo pristojni organ ali organe, odgovorne za pošiljanje in izmenjavo podatkov v zvezi z izvajanjem te uredbe in sporočijo Komisiji polno ime in naslov teh organov.

2. Vsaka država članica pošlje drugi državi članici in Komisiji seznam odobrenih laboratorijev, z njihovim polnim imenom in naslovom, ki so pristojni in pooblaščen za izvajanje preskusov, zahtevanih s to uredbo. Države članice dokažejo usposobljenost, zmožnost zgoraj navedenih laboratorijev v skladu s standardom EN ISO/IEC 17025, navedenim v Prilogi I.1. Za to zahtevo velja, da je izpolnjena, če je država članica preverila skladnost laboratorijev z načeli dobre laboratorijske prakse v skladu s členom 2 Direktive 2004/9/ES.

3. Kadar pristojni organ države članice upravičeno meni, da odobreni laboratorij ni usposobljen v skladu z odstavka 2, predloži zadevo odboru iz člena 12. Če Komisija odloči, da laboratorij nima zahtevane pristojnosti, se ime odobrenega laboratorija odstrani s seznama, navedenega v odstavku 4. Uporabi se člen 15(2), razen v primeru laboratorijev, ki se sklicujejo na skladnost z zahtevami dobre laboratorijske prakse in za katere veljajo določbe o neskladnosti iz členov 5 in 6 Direktive 2004/9/ES.

4. Komisija objavi sezname pristojnih organov, navedenih v odstavku 1, in odobrenih laboratorijev, navedenih v odstavku 2, enkrat letno v *Uradnem listu Evropske unije*, v kolikor so se pojavile spremembe.

Člen 9

Podatki, ki jih predložijo izdelovalci

1. Brez poseganja v člen 17 Direktive 1999/45/ES izdelovalci, ki dajejo v promet snovi in/ali pripravke, zajete v tej uredbi, dajo na razpolago pristojnim organom držav članic:

— podatke o enem ali več rezultatih preskusov, navedenih v Prilogi III,

— za tiste površinsko aktivne snovi, ki niso uspešno prestale preskusov, navedenih v Prilogi III in za katere je bil predložen zahtevek za odstopanje, kot navedeno v členu 5:

(i) tehnično dokumentacijo o rezultatih preskusov, navedenih v Prilogi II;

(ii) tehnično dokumentacijo o rezultatih preskusov in o podatkih, navedenih v Prilogi IV.

2. Kadarkoli so snovi in/ali pripravki, zajeti v tej uredbi, dani v promet, je izdelovalec odgovoren za pravilno izvajanje ustreznih zgoraj navedenih preskusov. Na voljo ima tudi razpoložljivo dokumentacijo o preskusih, izvršenih z namenom dokazovanja skladnosti s to uredbo, in dokazovanja upravičenosti do lastninskih pravic v zvezi z rezultati preskusov, razen za tiste rezultate preskusov, ki so že dostopni javnosti.

3. Izdelovalci, ki dajejo v promet pripravke, zajete v tej uredbi, dajo na voljo brez odlašanja in brezplačno vsakemu medicinskemu osebju, ki to zahteva, seznam sestavin, kot je določeno v Prilogi VII C.

To ne posega v pravico države članice, da zahteva, da je takšen seznam na voljo posebnemu javnemu organu, ki mu je država članica dodelila nalogo zagotavljanja teh podatkov zdravstvenemu osebju.

Posebni javni organ in zdravstveno osebje hranita podatke, navedene v obrazcu kot zaupne in jih uporabljata samo za medicinske namene.

Člen 10

Nadzorni ukrepi

1. Pristojni organi držav članic lahko uporabijo, kakor ustreza, vse potrebne nadzorne ukrepe za detergenti, dana v promet, ki zagotavljajo skladnost proizvoda z določbami te uredbe. Referenčno metodo predstavljajo preskusne in analizne metode iz Priloge VIII. Ti nadzorni ukrepi ne zahtevajo od izdelovalcev, da ponovijo preskuse, izvedene v laboratorijih, ki izpolnjujejo pogoje, navedene v členu 8(2) ali da plačajo za katerikoli ponovljeni ali dodatni preskus, pod pogojem da je začetni preskus dokazal skladnost detergentov ali površinsko aktivnih snovi, uporabljenih kot sestavine v detergentih, s to uredbo.

2. V primerih zaskrbljenosti, da je preskus, izvršen v skladu z metodami, navedenimi v Prilogah II, III, IV ali VIII, dal lažne pozitivne rezultate, pristojni organi držav članic obvestijo Komisijo in Komisija preveri v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2), te rezultate in sprejme potrebne ukrepe.

Člen 11

Označevanje

1. Določbe tega člena ne posegajo v določbe v zvezi razvrščanjem, pakiranjem in označevanjem nevarnih snovi in pripravkov v Direktivah 67/548/EGS in 1999/45/ES.

2. Naslednji podatki morajo biti navedeni s čitljivimi, vidnimi in neizbrisnimi črkami na embalaži, v kateri se detergenti, dajejo v promet za prodajo potrošniku:

- (a) ime in trgovsko ime izdelka;
- (b) ime ali trgovsko ime ali blagovna znamka in popoln naslov ter telefonska številka stranke, odgovorne za dajanje izdelka v promet;
- (c) naslov, elektronski naslov, če je na voljo, in telefonska številka, na kateri se lahko dobi seznam iz člena 9(3).

Isti podatki morajo biti navedeni na vseh listinah, ki spremljajo detergenti, ki se prevažajo v razsutem stanju.

3. Na embalaži detergentov je navedena vsebina, v skladu s specifikacijami, predvidenimi v Prilogi VII A. Na njej se nahajajo tudi navodila za uporabo in posebni varnostni ukrepi, če so potrebni.

4. Poleg tega so na embalaži detergentov, ki se prodajajo za splošno uporabo z namenom, da se uporabljajo kot detergenti za pranje perila, navedeni podatki, predvideni v Prilogi VII B.

5. V primerih, ko je v neki državi članici potrebno v skladu z nacionalnimi zahtevami označevati v nacionalnem(-ih) jeziku(-ih), izdelovalec in distributer upoštevata to zahtevo, pri navajanju podatkov določenih v odstavkih 3 in 4.

6. Odstavki 1 do 5 ne posegajo v obstoječe nacionalne predpise, po katerih se grafična upodobitev sadja, ki lahko zavede uporabnika v zmotu v zvezi z uporabo tekočih izdelkov, ne sme pojaviti na embalaži, v kateri se nahajajo detergenti, namenjena za prodajo potrošniku.

Člen 12

Postopek Odbora

1. Komisiji pomaga odbor.
2. Pri sklicevanju na ta odstavek se uporabljata člena 5 in 7 Sklepa 1999/468/ES, ob upoštevanju določb člena 8 tega sklepa.

Doba, predvidena v členu 5(6) Sklepa 1999/468/ES, je določena na tri mesece.

3. Odbor sprejme svoj poslovnik.

Člen 13

Prilagoditev Prilog

1. Spremembe, potrebne za prilagoditev Prilog, se sprejmejo v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2) in se sklicujejo, kadarkoli je to mogoče, na evropske standarde.

2. Zlasti spremembe ali dodatki, potrebni za uporabo določb te uredbe za detergente na osnovi topil, se sprejmejo v skladu s postopkom iz člena 12(2).

Člen 14

Določba o prostem pretoku

Države članice ne prepovedujejo, omejujejo ali ovirajo dajanja v promet detergentov in/ali površinsko aktivnih snovi za detergente, ki izpolnjujejo zahteve te uredbe, iz razlogov, obravnavanih v tej uredbi.

Do nadaljnje uskladitve smejo države članice ohraniti ali določiti nacionalna pravila glede uporabe fosfatov v detergentih.

Člen 15

Zaščitna določba

1. Kadar neka država članica upravičeno meni, da kateri, določeni detergent, četudi izpolnjuje zahteve iz te uredbe, predstavlja tveganje za varnost ali zdravje ljudi ali živali ali tveganje za okolje, lahko začasno prepove dajanje v promet takšnega detergenta na svojem območju ali za to začasno določi posebne pogoje.

O tem takoj obvesti druge države članice in Komisijo ter navede razloge za svojo odločitev.

2. Po posvetu z državami članicami ali, če ustreza, z ustreznim tehničnim ali znanstvenim odborom Komisije, se sprejme odločitev o tej zadevi v roku devetdesetih dni v skladu s postopkom iz člena 12(2).

Člen 16

Ponovni pregled

1. Do 8. aprila 2007 Komisija oceni, predloži poročilo o tem in, če je utemeljeno, predloži zakonodajni predlog o uporabi fosfatov z namenom njihove postopne opustitve ali omejitve na specifične uporabe.

2. Do 8. aprila 2009 Komisija izvrši ponovni pregled izvajanja te uredbe, pri čemer posveti posebno pozornost biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi in oceni, predloži poročilo o tem in, če je utemeljeno, predloži zakonodajne predloge v zvezi z:

- anaerobno biorazgradljivostjo,
- biorazgradljivostjo glavnih organskih sestavin detergentov, ki niso površinsko aktivne.

Člen 17

Zakonodaja, ki jo je treba razveljaviti

1. Naslednje direktive se razveljavijo z učinkom od 8. oktobra 2005.

- Direktiva 73/404/EGS;
- Direktiva 73/405/EGS;
- Direktiva 82/242/EGS;
- Direktiva 82/243/EGS; in
- Direktiva 82/94/EGS.

2. Priporočilo 89/542/EGS se razveljavi z 8. oktobrom 2005.

3. Sklicevanja na razveljavljene direktive se razumejo kot sklicevanja na to uredbo.

4. Na dan začetka veljavnosti te uredbe države članice razveljavijo svoje zakone in druge predpise, sprejete v skladu z direktivami, predvidenimi v odstavku 1 ali Priporočilom iz odstavka 2.

Člen 18

Sankcije

1. Najpozneje 8. oktobra 2005 države članice sprejmejo:

- ustrezne zakonske ali upravne ukrepe, ki se uporabijo v primeru kakršne koli kršitve te uredbe, in
- odvračilne, učinkovite in sorazmerne sankcije za vsako takšno kršitev.

To vključuje ukrepe, ki jim dovoljujejo zadržanje pošiljk detergentov, ki niso skladne s to uredbo.

2. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Člen 19

Začetek veljavnosti

Ta uredba začne veljati 8. oktobra 2005.

Ta uredba je v celoti zavezujoča in se neposredno uporablja v vseh državah članicah.

V Strasbourgu, 31. marca 2004

Za Evropski parlament

Predsedujoči

P. COX

Za Svet

Predsednik

D. ROCHE

PRILOGA I

Standardi za akreditacijo, dobra laboratorijska praksa in zaščita živali, povezani z laboratoriji, ki so usposobljeni in pooblaščen za izvajanje potrebnih storitev preverjanja skladnosti detergentov z zahtevami te uredbe in njenih prilog

1. *Standardi, uporabni za laboratorije:*
EN ISO/IEC 17025, Splošne zahteve za usposobljenost preskuševalnih in umerjevalnih laboratorijev;
Direktiva 2004/10/ES;
Direktiva Sveta 86/609/EGS.
 2. *Standardi, uporabni za akreditacijske organe in organe, ki nadzirajo dobro laboratorijsko prakso:*
EN 45003, Sistem akreditacije preskuševalnih in umerjevalnih laboratorijev, splošne zahteve za upravljanje in priznavanje;
Direktiva 2004/9/ES.
-

PRILOGA II

**PRESKUSNE METODE PRIMARNE BIORAZGRADLJIVOSTI POVRŠINSKO AKTIVNIH SNOVI V
DETRGENTIH**

Primarna biorazgradljivost se izmeri z določitvijo stopnje preostale osnovnih površinsko aktivnih snovi v biorazgrajenih tekočinah. Ta priloga se začne s seznamom preskusnih metod, skupnih vsem razredom površinsko aktivnih snovi in nato v rubrikah A do D navaja analizne preskusne postopke, specifične za vsak razred površinsko aktivnih snovi.

Merilo za uspešno opravljen preskus je najmanj 80 % stopnja primarne biorazgradljivosti izmerjena v skladu s preskusnimi metodami, navedenimi v nadaljevanju.

Referenčna metoda za laboratorijske preskuse površinsko aktivnih snovi v tej uredbi temelji na potrditvenem preskusnem postopku metode OECD, opisanem v Prilogi VIII.1. Spremembe potrditvenega preskusnega postopka so dovoljene, če so v skladu s standardom EN ISO 11733.

Preskusne metode

- (1) Metoda OECD, objavljena v tehničnem poročilu OECD z dne 11. junija 1976 pod naslovom „Predlagana metoda za določitev biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi v sintetičnih detrgentih“.
- (2) Metoda, v uporabi v Franciji, odobrena z „odlokem z dne 24. decembra 1987 ohraniti originalni naziv odloka, saj prevod naslova nima praktične vrednosti“, objavljenim v Uradnem listu Francoske republike z dne 30. decembra 1987, str. 15385, in s standardom NF 73-260 iz junija 1981, ki ga je objavilo Francosko združenje za standardizacijo (AFNOR).
- (3) Metoda, uporabljena v Nemčiji, uveljavljena s „Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln“ z dne 30. januarja 1977, objavljena v Bundesgesetzblatt iz leta 1977, Del I, str. 244, kot navedeno v uredbi o spremembi te uredbe z dne 4. junija 1986, objavljene v Bundesgesetzblatt iz leta 1986, Del I, str. 851.
- (4) Metoda, uporabljena v Združenem kraljestvu, imenovana „Porous Pot Test“ in je opisana v Tehničnem poročilu št. 70 (1978) Centra za raziskavo voda.
- (5) „Potrditveni preskusni postopek“ v metodi OECD, opisan v Prilogi VIII.1 (vključno z možnimi spremembami obratovalnih pogojev, predlaganih v standardu EN ISO 11733). To je tudi referenčna metoda, uporabljena za poravnavo sporov.

A. ANALIZNE METODE ZA ANIJSKE POVRŠINSKO AKTIVNE SNOVI

Anijske površinsko aktivne snovi se pri preskusih določijo z analizo snovi, ki reagirajo z metilenskim modrim (MBAS), v skladu z merili, določenimi v Prilogi VIII.2. Za tiste anijske površinsko aktivne snovi, ki se ne odzivajo na zgoraj navedeno metodo MBAS, ali če se zdi primernejše zaradi učinkovitosti ali natančnosti, se uporabijo ustrezne specifične instrumentalne analize, kot je tekočinska kromatografija visoke ločljivosti (HPLC) ali plinska kromatografija (GC). Izdelovalec predloži vzorce ustrezne čiste površinsko aktivne snovi pristojnim organom držav članic na njihovo zahtevo.

B. ANALIZNE METODE ZA NEIJSKE POVRŠINSKO AKTIVNE SNOVI

Neijske površinsko aktivne snovi se pri preskusih določijo z analizo snovi, ki reagirajo z bizmutom (BiAS) v skladu z analiznim postopkom, določenim v Prilogi VIII.3.

Za tiste neijske površinsko aktivne snovi, ki se ne odzivajo na zgoraj navedeno metodo BiAS, ali če se zdi primernejše zaradi učinkovitosti ali natančnosti, se uporabijo ustrezne specifične instrumentalne analize, kot sta tekočinska kromatografija visoke ločljivosti (HPLC) ali plinska kromatografija (GC). Izdelovalec predloži vzorce ustrezne čiste površinsko aktivne snovi pristojnim organom držav članic na njihovo zahtevo.

C. ANALIZNE METODE ZA KATIJSKE POVRŠINSKO AKTIVNE SNOVI

Katijske površinsko aktivne snovi se pri preskusih določijo z analizo snovi, ki reagirajo z disulfinskim modrim (DBAS), v skladu z naslednjimi postopki DBAS:

metoda, uporabljena v Zvezni republiki Nemčiji, (1989) DIN 38 409 — Ausgabe: 1989-07.

Za tiste katijske površinsko aktivne snovi, ki se ne odzivajo na zgoraj navedeno metodo, ali če se zdi primernejše zaradi učinkovitosti ali natančnosti (to je treba utemeljiti), se uporabijo ustrezne specifične instrumentalne analize, kot sta tekočinska kromatografija visoke ločljivosti (HPLC) ali plinska kromatografija (GC). Izdelovalec predloži vzorce ustrezne čiste površinsko aktivne snovi pristojnim organom držav članic na njihovo zahtevo.

D. ANALIZNE METODE ZA AMFOTERNE POVRŠINSKO AKTIVNE SNOVI

Amfoterne površinsko aktivne snovi se pri preskusih določijo z analizo po postopkih, navedenih v nadaljevanju:

1. V odsotnosti kationov:

metoda, uporabljena v Zvezni republiki Nemčiji, (1989) DIN 38 409 – Teil 20.

2. V drugih primerih:

metoda Orange II (Boiteux, 1984).

Za tiste amfoterične površinsko aktivne snovi, ki se ne odzivajo na zgoraj navedene preskuse, ali če se zdi primernejše zaradi učinkovitosti ali natančnosti (to je treba utemeljiti), se uporabijo ustrezne specifične instrumentalne analize, kot sta tekočinska kromatografija visoke ločljivosti (HPLC) ali plinska kromatografija (GC). Izdelovalec predloži vzorce ustrezne obravnavane čiste površinsko aktivne snovi pristojnim organom držav članic na njihovo zahtevo.

PRILOGA III

PRESKUSNE METODE ZA KONČNO BIORAZGRADLJIVOST (MINERALIZACIJO) POVRŠINSKO AKTIVNIH SNOVI V DETRGENTIH

- A. Referenčna metoda za laboratorijske preskuse končne biorazgradljivosti površinsko aktivnih snovi po tej uredbi temelji na standardu EN ISO 14593: 1999 (CO₂ headspace test).

Površinsko aktivne snovi v detergentih se štejejo za biološko razgradljive, če znaša stopnja biorazgradljivosti (mineralizacija), izmerjena po enem od naslednjih petih preskusov ⁽¹⁾, najmanj 60 % v osemindvajsetih dneh:

1. Standard EN ISO 14593: 1999. Kakovost vode. – Ocena končne aerobne biorazgradljivosti organskih spojin v vodnem okolju. – Metoda z analizo anorganskega ogljika v hermetično zaprtih posodah (CO₂ headspace test). Predhodna priprava se ne izvaja. Načelo desetdnevnega intervala se ne uporablja. (Referenčna metoda).
 2. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-C [prilagojeni Sturm preskus sproščanja ogljikovega dioksida (CO₂)]: Predhodna priprava se ne uporablja. Načelo deset dnevnega intervala se ne izvaja.
 3. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-E (zaprta posoda): Predhodna priprava se ne uporablja. Načelo desetdnevnega intervala se ne izvaja.
 4. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-D (manometrična respirometrija): Predhodna priprava se ne uporablja. Načelo desetdnevnega intervala se ne izvaja.
 5. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-F (MITI: Ministrstvo za mednarodno trgovino in industrijo–Japonska): priprava se ne izvaja. Načelo desetdnevnega intervala se ne uporablja.
- B. Glede na fizikalne lastnosti površinsko aktivne snovi, se lahko uporablja ena od spodaj navedenih metod, če je ustrezno utemeljena ⁽²⁾. O primernosti izbire metod, naštetih v nadaljevanju, se odloča za vsak primer posebej, v skladu s členom 5 te uredbe.
1. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-A (upadanje raztopljenega organskega ogljika – DOC Die-Away): Predhodna priprava se ne uporablja. Načelo deset dnevnega intervala se ne izvaja. Merilo za uspešno opravljen preskus biorazgradljivosti, izmerjene v skladu s preskusom, je najmanj 70 % v osemindvajsetih dneh.
 2. Metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.4-B (prilagojeni preskus oz. screening OECD - upad raztopljenega organskega ogljika oz. DOC Die-Away): Predhodna priprava se ne uporablja. Načelo deset dnevnega intervala se ne uporablja. Merilo za uspešno opravljen preskus biorazgradljivosti, izmerjene v skladu s preskusom, je najmanj 70 % v osemindvajsetih dneh.
- N.B. – Vse zgoraj navedene metode, povzete po Direktivi Sveta 67/548/EGS, se lahko najdejo tudi v izdaji „Razvrščanje, pakiranje in označevanje nevarnih snovi v Evropski uniji“, Del 2: „Preskusne metode“. Evropska komisija 1997. ISBN 92-828-0076-8.

⁽¹⁾ Ugotovljeno je, da je teh pet preskusov najustreznejših za površinsko aktivne snovi.

⁽²⁾ Metode DOC bi lahko dale rezultate o odstranitvi in ne o končni biorazgradnji. Manometrična respirometrija in MITI ne bi bila ustrezna v nekaterih primerih, ker bi visoka začetna preskusna koncentracija lahko imela zaviralen/inhibitoren učinek.

PRILOGA IV

DOPOLNILNA OCENA TVEGANJA ZA POVRŠINSKO AKTIVNE SNOVI V DETRAGENTIH

Za tiste površinsko aktivne snovi, za katere je na voljo ocena tveganja za okolje v okviru z Direktivo 93/67/EGS ali Uredbo (EGS) št. 793/93 in Uredbo (ES) št. 1488/94 ter dokumenti s tehničnimi smernicami, se ta ocena tveganja obravnava skupaj z oceno dodatnega tveganja, izdelano v okviru te uredbe.

Ocena dodatnega tveganja, ki se izvaja v okviru te uredbe, se upošteva, če obstaja verjetnost nastanka obstojnih metabolitov, v povezavi z ocenami, izdelanimi na osnovi Direktive 93/67/EGS ali Uredbe (EGS) št. 793/93. To je treba oceniti od primera do primera in še zlasti na osnovi rezultatov preskusov iz dela 3.

Študija zajema vodni del okolja. Odbor iz člena 12(2) lahko za posamezen primer zahteva dodatne podatke v zvezi s specifičnimi problemi ocene tveganja. Dodatni podatki se lahko nanašajo na druge sestavne dele okolja, kot so kanalizacijski mulj in zemlja. v zvezi s podatki, zahtevanimi za tehnično dokumentacijo iz členov 5 in 9 se uporablja stopenjski pristop. Dokumentacija vsebuje vsaj podatke, opisane v točkah 1, 2 in 3 v nadaljevanju.

Vendar, da bi preskuse čim bolj zmanjšali in zlasti da bi preprečili nepotrebne preskuse na živalih, bi bilo treba dodatne študije, navedene v točki 4.2.2, zahtevati samo takrat, ko so takšni podatki potrebni in sorazmerni. V primeru nesoglasja glede obsega zahtevanih dodatnih podatkov se lahko sprejme odločitev v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2).

Kot je zapisano v členu 13, se smernice, vključene v tej Prilogi v zvezi z odločitvami o odstopanju, na osnovi zbranih izkušenj lahko prilagodijo.

1. *Identiteta površinsko aktivne snovi (v skladu z določbami, navedenimi v Prilogi VII.A Direktive 67/548/EGS).*
 - 1.1 Ime
 - 1.1.1 Imena po nomenklaturi IUPAC
 - 1.1.2 Druga imena
 - 1.1.3 Številka CAS in ime CAS (če je na voljo)
 - 1.1.4 Številka Einecs ⁽¹⁾ ali Elincs ⁽²⁾ (če sta na voljo)
 - 1.2 Molekulska in strukturna formula
 - 1.3 Sestava površinsko aktivne snovi
2. *Podatki o površinsko aktivni snovi*
 - 2.1 Količine površinsko aktivne snovi, uporabljene v detergentih
 - 2.2 Podatki o načinih uporabe, navedeni v tem oddelku, morajo biti zadostni, da omogočajo približno, vendar realno oceno delovanja in izpostavljenosti okolja, povezanih z uporabo površinsko aktivne snovi v detergentih. Podatki vključujejo naslednje:
 - pomen uporabe (družbena vrednost),
 - pogoji za uporabo (scenariji sproščanja),
 - uporabljena količina,
 - dostopnost in ustreznost nadomestnih rešitev (ekonomska ocena in analiza učinkovitosti),
 - ocena pomembnih podatkov o okolju.
3. *Podatki o možnih obstojnih metabolitih*

Treba je predložiti podatke o strupenosti preskusnih tekočin. Če ni na voljo podatkov o identiteti ostanka, se lahko zahtevajo podatki iz točke 4.2.1, odvisno od možnega tveganja in od pomena ter količine površinsko aktivne snovi, uporabljene v detergentih. V primeru spora glede teh podatkov se lahko sprejme odločitev v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2).

⁽¹⁾ Evropski seznam obstoječih snovi.

⁽²⁾ Evropski seznam novih snovi.

4. *Dodatne študije*
- 4.1 Preskusi biorazgradljivosti
- 4.1.1 Predhodno prilagojen vcepek (inoculum)
- Vsak od preskusov, opisanih v Prilogi III, se lahko izvaja s predhodno prilagojenim vcepkom (inoculum), da se pridobijo podatki o vplivu predhodne prilagoditve na površinsko aktivno snov.
- 4.1.2. Preskusi inherentne biorazgradljivosti
- Vključi se vsaj eden od preskusov, navedenih v nadaljevanju:
- metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.12 (prilagojeni preskus SCAS),
 - metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.9 (Zahn-Wellens).
- Neuspešen preskus inherentne biorazgradljivosti bi nakazal možnost obstojnosti, kar se na splošno lahko upošteva kot zadosten razlog za prepoved dajanja v promet takšne površinsko aktivne snovi, razen v primerih, v katerih merila, določena v členu 6, navajajo, da ni razloga za zavrnitev odstopanja.
- 4.1.3 Preskusi simulacije biorazgradljivosti z aktivnim blatom
- Vključiti je potrebno naslednje preskuse, navedene v nadaljevanju:
- metoda Direktive 67/548/EGS, Priloga V.C.10 (vključno z možnimi spremembami obratovalnih pogojev, kot predlagano v standardu EN ISO 11733).
- Neuspešen preskus simulacije biorazgradljivosti z aktivnim blatom bi nakazal možnost za sproščanje metabolitov pri čiščenju odpadnih voda, kar bi se lahko na splošno upoštevalo kot dokaz o potrebi po popolnejši oceni tveganja.
- 4.2 Preskus strupenosti tekočin, ki nastajajo pri biorazgradnji
- Podatki o strupenosti tekočin, ki nastajajo pri preskusih, obsegajo:
- 4.2.1 Kemijske in fizikalne podatke, kot so:
- identiteta metabolita (in analizne metode, s pomočjo katerih je bila ugotovljena);
 - ključne fizikalno-kemijske lastnosti (topnost v vodi, porazdelitveni koeficient med oktanolom in vodo (Log $P_{o/w}$ itd.).
- 4.2.2 Učinki na organizme. Preskusi se izvajajo v skladu z načeli dobre laboratorijske prakse.
- Ribe: priporočeni preskus je preskus, iz v Priloge V.C.1 Direktive 67/548/EGS
- Vodna bolha: priporočeni preskus je preskus, predviden! v Prilogi V.C.2 Direktive 67/548/EGS
- Alge: priporočeni preskus je preskus, predviden! v Prilogi V.C.3 Direktive 67/548/EGS
- Bakterije: priporočeni preskus je preskus, predviden! v Prilogi V.C.11 Direktive 67/548/EGS
- 4.2.3. Razgradnja
- Biotska: priporočeni preskus je preskus, v Prilogi V.C.5 Direktive 67/548/EGS
- Abiotska: priporočeni preskus je preskus, v Prilogi V.C.7 Direktive 67/548/EGS. Podatki, ki jih je treba predložiti, naj upoštevajo tudi možnost biokoncentracije metabolitov in njihovo porazdelitev v sedimentni fazi.
- Poleg tega, če obstaja sum, da nekateri metaboliti delujejo kot hormonski motilci, je priporočljivo ugotoviti, ali ti metaboliti povzročajo škodljive učinke in sicer takoj, ko so na voljo potrjene preskusne metode za ocenitev takšnih škodljivih učinkov.
- N.B. Vse zgoraj navedene preskuse se lahko poišče tudi v izdaji „Razvrščanje, pakiranje in označevanje nevarnih snovi v Evropski uniji“, Del 2: „Preskusne metode“. Evropska komisija 1997. ISBN 92-828-0076-8.

PRILOGA V

SEZNAM POVRŠINSKO AKTIVNIH SNOVI, ZA KATERE JE BILO PRIDOBLEJENO ODSTOPANJE

Naslednje površinsko aktivne snovi, ki so uspešno opravile preskuse, določene v Prilogi II, niso pa opravile preskusov, določenih v Prilogi III, se lahko dajo v promet na podlagi odstopanja, določenega v členu 5 in v skladu s postopkom, določenim v členu 12(2):

Ime po IUPAC nomenklaturi	Številka EINECS ali ELINCS	Številka CAS in ime CAS	Omejitve

„EINECS“ pomeni Evropski seznam obstoječih snovi. Ta seznam vsebuje končni seznam vseh snovi, za katere velja, da so bile na trgu Skupnosti dne 18. septembra 1981.

„ELINCS“ pomeni seznam novih snovi, kot so opredeljene v Direktivi Sveta 92/32/EGS z dne 30. aprila 1992 o sedmi spremembi Direktive 67/548/EGS v zvezi s približevanjem zakonov, predpisov in upravnih določb, ki se nanašajo na razvrstitev, pakiranje in označevanje nevarnih snovi ⁽¹⁾.

(¹) UL L 154, 5.6.1992, str. 1.

PRILOGA VI

SEZNAM PREPOVEDANIH ALI OMEJENIH POVRŠINSKO AKTIVNIH SNOVI

Za naslednje površinsko aktivne snovi v detergentih je bilo ugotovljeno, da ne izpolnjujejo določb te uredbe:

IME iz NOMENKLATURE IUPAC	ŠTEVILKA EINECS ali ELINCS	ŠTEVILKA CAS in IME CAS	OMEJITVE

„EINECS“ pomeni Evropski seznam obstoječih snovi. Ta popis vsebuje končni seznam vseh snovi, za katere velja, da so bile na trgu Skupnosti dne 18. septembra 1981.

„ELINECS“ pomeni seznam novih snovi, kot so opredeljene v Direktivi 92/32/EGS.

—

PRILOGA VII

OZNAČEVANJE IN SEZNAM SESTAVIN

A. Označevanje vsebine

Naslednje določbe o označevanju se uporabljajo pri pakiranju detergentov, ki se prodajajo za splošno uporabo.

Naslednji masni odstotki v razponih:

- manj kot 5 %,
- 5 % ali več, vendar manj kot 15 %,
- 15 % ali več, vendar manj kot 30 %,
- 30 % in več,

se uporabijo za navedbo vsebine sestavin, naštetih v nadaljevanju, če so dodane v koncentraciji nad 0,2 %, preračunano na maso:

- fosfati,
- fosfonati,
- anionske površinsko aktivne snovi,
- kationske površinsko aktivne snovi,
- amfoterične površinsko aktivne snovi,
- neionske površinsko aktivne snovi,
- belila na osnovi kisika,
- belila na osnovi klora,
- EDTA in njene soli,
- NTA (nitrilotriocetna kislina) in njene soli,
- fenoli in halogenirani fenoli,
- paradiklorbencen,
- aromatski ogljikovodiki,
- alifatski ogljikovodiki,
- halogenirani ogljikovodiki,
- milo,
- zeoliti,
- polikarboksilati.

Naslednje kategorije sestavin, če so dodane, se navedejo ne glede na njihovo koncentracijo:

- encimi,
- razkužila,
- sredstva za optično beljenje,
- dišave.

Če so dodani konzervansi, se navedejo, ne glede na njihovo koncentracijo, pri čemer se uporabi, kjer je mogoče, skupno poimenovanje, vzpostavljeno v skladu s členom 8 Direktive Sveta 76/768/EGS z dne 27. julija 1976 o približevanju zakonodaje držav članic v zvezi s kozmetičnimi proizvodi ⁽¹⁾.

Če so kot take dodane v koncentracijah nad 0,01 %, preračunano na maso, se alergene dišave, ki so navedene na seznamu snovi v Prilogi III, Del 1 Direktive 76/768/EGS, spremenjene z Direktivo 2003/15/ES Evropskega parlamenta in Sveta ⁽²⁾ zaradi vključitve alergenskih dišavnih sestavin s seznama, ki ga je prvi določil Znanstveni odbor za kozmetične izdelke in neprehrambene proizvode, namenjene potrošnikom (SCCNFP), v svojem strokovnem mnenju SCCNFP/0017/98, navedejo s poimenovanjem iz te direktive, kakor tudi vse druge dišave, ki se pozneje dodajo Prilogi III, Del 1 Direktive 76/768/EGS s prilagoditvijo te Priloge tehničnemu napredku.

⁽¹⁾ UL L 262, 27.9.1976, str. 169. Direktiva, kakor je bila nazadnje spremenjena z Direktivo Komisije 2003/83/ES (UL L 238, 25.9.2003, str. 23).

⁽²⁾ UL L 66, 11.3.2003, str. 26.

Če odbor SCCNFP glede na tveganje pozneje določi posamezne omejitve koncentracij dišavnih alergenov, Komisija, v skladu s členom 12(2), predlaga sprejetje takšnih omejitev kot nadomestilo za zgoraj navedeno omejitev 0,01 %.

Kar zadeva detergente, ki so namenjena uporabi v industrijskem sektorju in niso dostopni splošnim uporabnikom, zgoraj navedenih zahtev ni treba izpolniti, če so predloženi enakovredni podatki s pomočjo lista s tehničnimi podatki, varnostnih listov ali na podoben ustrezen način.

B. Označevanje podatkov o odmerjanju

Kot je predpisano v členu 11(4), se za označevanje detergentov, ki se prodajajo prebivalstvu uporabijo naslednje določbe. Embalaža detergentov, ki se prodajajo splošnim uporabnikom in so predvidena kot detergenti za pranje perila, vsebuje naslednje podatke:

- priporočene količine in/ali navodila za odmerjanje, izražene v mililitrih ali gramih, ki ustrezajo standardni polnitvi pralnega stroja za mehko, srednje trdo in trdo vodo ter za en ali dva ciklusa pralnega postopka;
- za močne detergente, število standardnih polnitev pralnega stroja z „običajno umazanimi“ tkaninami, in za detergente za pranje občutljivih tkanin, število standardnih obremenitev pralnega stroja z malo umazanimi tkaninami, ki se jih da oprati v stroju z vsebino embalaže in z uporabo vode srednje trdote, ki ustreza 2,5 milimola CaCO_3/l ;
- kapaciteta merilne posodice, če je priložena, se navede v mililitrih ali gramih in na njej so označbe, ki navajajo odmerek detergenta za standardno polnitev pralnega stroja za kategorije mehke, srednje trde in trde vode.

Standardne polnitve pralnega stroja so 4,5 kg suhega perila za pranje z močnimi detergentsi in 2,5 kg suhega perila za pranje z detergentsi za občutljivo perilo, v skladu z opredelitvami Odločbe Komisije 1999/476/ES z dne 10. junija 1999 o določitvi ekoloških meril za podelitev ekološke nalepke Skupnosti za detergente za pranje perila ⁽¹⁾. Detergent se šteje kot močan detergent, razen če ga izdelovalec pretežno priporoča za nego tkanin, na primer pranje pri nižjih temperaturah, pranje občutljivih in barvnih tkanin.

C. Seznam sestavin

Naslednje določbe se uporabljajo za navajanje sestavin v seznamu iz člena 9(3).

Obrazec vsebuje ime detergenta in izdelovalca.

Navedejo se vse sestavine; našteje se v padajočem vrstnem redu glede na njihovo maso in seznam se naprej razdeli na naslednje razpone masnih odstotkov:

- 10 % ali več,
- 1 % ali več, vendar manj kot 10 %,
- 0,1 % ali več, vendar manj kot 1 %,
- manj kot 0,1 %.

Nečistoče se ne štejejo za sestavine.

Za vsako sestavino se navedejo splošno kemijsko ime ali ime po IUPAC ⁽²⁾, številka CAS in, če sta na voljo, ime INCI ⁽³⁾ ter naziv iz evropske farmakopeje.

D. Objava seznama sestavin

Izdelovalci objavijo na spletni strani, zgoraj navedeni seznam sestavin, razen naslednjih podatkov:

- razponi utežnih odstotkov,
- sestavine dišav in eteričnih olj,
- sestavine barvil.

Ta obveznost ne velja za detergente za industrijo ali ustanove, ki vsebujejo površinsko aktivne snovi niti za površinsko aktivne snovi za detergente za industrijo ali ustanove, za katere je na voljo list s tehničnimi podatki ali varnostni list.

⁽¹⁾ UL L 187, 20.7.1999, str. 52. Sklep, kakor je bil nazadnje spremenjen s Sklepom 2003/200/ES (UL L 76, 22.3.2003, str. 25).

⁽²⁾ Mednarodna zveza za čisto in uporabno kemijo.

⁽³⁾ Mednarodna nomenklatura za kozmetične sestavine.

PRILOGA VIII

PRESKUSNE IN ANALIZNE METODE

Spodnje preskusne in analitične metode se uporabljajo v nadzornih postopkih za detergente, v prometu, ki jih izvajajo države članice:

1. Referenčna metoda (potrdilni preskus)**1.1 Opredelitev**

Ta metoda opisuje laboratorijski model aktivnega blata + sekundarni usedalnik, ki je konstruiran tako, da simulira komunalno čistilno napravo. Opisani so enaki pogoji kot v direktivah, ki so bila sprejeta pred to uredbo. Pri tej preskusni metodi se lahko uporabljajo izboljšani sodobni delovni pogoji kot so opisani v EN ISO 11733.

1.2 Oprema, potrebna za meritve

Meritvena metoda vključuje majhno čistilno napravo z aktivnim blatom, ki je prikazana na sliki 1 in podrobneje na sliki 2. Oprema sestoji iz posode A za shranjevanje sintetičnih odplak, dozirne črpalke B, posode C za prezračevanje, posode D za usedanje, zračne črpalke E za recikliranje aktivnega blata in posode F za zbiranje obdelane odplake.

Posodi A in F morata biti stekleni ali iz primerne plastike in s prostornino vsaj štiriindvajset litrov. Črpalka B mora vzdrževati konstanten pretok sintetičnih odplak v posodo za prezračevanje; ta posoda med normalnim delovanjem vsebuje tri litre mešane tekočine. Sintran ventil za zrak G je nameščen na najnižji točki stožčastega vratu posode C. Količina zraka, vpihanega skozi prezračevalnik, naj bo nadzorovana z merilnikom pretoka H.

1.3 Sintetične odplake

Za preskus se uporablja sintetična odplaka. V litru vode iz pipe raztopi:

- 160 mg peptona,
- 110 mg mesnega ekstrakta,
- 30 mg sečnine, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$,
- 7 mg natrijevega klorida, NaCl ,
- 4 mg kalcijevega klorida, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 2 mg magnezijevega sulfata, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- 28 mg dikalijevega hidrogenfosfata, K_2HPO_4 ,
- in 10 ± 1 mg površinsko aktivne snovi.

Vsak dan se pripravi sveža sintetična odplaka.

1.4 Priprava vzorcev

Nesestavljene površinsko aktivne snovi se lahko analizirajo v prvotnem stanju. Za pripravo ustrezne sintetične odplake mora biti določena vsebnost aktivne snovi v vzorcu (1.3).

1.5 Delovanje opreme

Najprej napolnimo posodo C za prezračevanje in posodo D za usedanje s sintetično odplako. Višina posode D naj bo nastavljena tako, da je prostornina tekočine v posodi C za prezračevanje tri litre. Vcepimo 3 ml sekundarne odplake dobre kakovosti, sveže zbrane v čistilni napravi s pretežno gospodinjskimi odplakami. V obdobju med vzorčenjem in uporabo je odplako treba shraniti v aerobnih pogojih. Potem vklopimo prezračevalnik G, zračni pretok E in odmerjevalno pripravo B. Sintetična odplaka mora teči skozi posodo za prezračevanje C s pretokom enega litra na uro; tako dobimo srednji retenzijski čas tri ure.

Dovod zraka je treba uravnati tako, da se vsebina posode C vzdržuje v obliki suspenzije, vsebnost raztopljenega kisika pa je najmanj 2 mg/l. Penjenje je treba preprečiti s primernimi sredstvi. Ne smemo uporabljati sredstev proti penjenju, ki inhibirajo aktivno blato ali vsebujejo površinsko aktivne snovi. Zračna črpalka E mora biti nastavljena tako, da se aktivno blato iz posode za usedanje stalno pretaka v posodo C za prezračevanje. Blato, ki se nabere na vrhu posode C za prezračevanje, na dnu posode D za usedanje ali kjerkoli v procesu kroženja, naj se vrne v obtok vsaj enkrat na dan s krtačenjem ali na drug ustrezen način. Ko se blato neha usedati, se stopnja usedanja po potrebi lahko poveča z večkratnim dodatkom 2 ml odmerkov 5 % raztopine železovega klorida.

Odplake iz posode za usedanje D se zbirajo v posodi F štiriindvajset ur, potem se po močnem mešanju odvzame vzorec. Posodo F je nato treba temeljito očistiti.

1.6 *Preverjanje merilne opreme*

Vsebnost površinske aktivne snovi (v mg/l) sintetičnih odplak se določi neposredno pred uporabo.

Vsebnost površinske aktivne snovi (v mg/l) odplake, zbrane v štiriindvajsetih urah v posodi F, moramo določiti analitično po enaki metodi čim prej po zbiranju, sicer je treba vzorce konzervirati, po možnosti z zamrzovanjem. Koncentracija se mora določiti z natančnostjo 0,1 mg/l površinske aktivne snovi.

Za preverjanje učinkovitosti procesa se najmanj dvakrat tedensko izmeri kemijska potreba po kisiku (COD) ali raztopljen organski ogljik (DOC) zbrane odplake v posodi F, prefiltrirane skozi steklena vlakna, in filtrirane sintetične odplake v posodi A.

Zmanjševanje COD ali DOC bi se moralo ustaliti, ko je dosežena približno redna dnevna razgradnja površinske aktivne snovi na koncu uvajalnega obdobja, kakor je prikazano na sliki 3.

Vsebnost suhe snovi v aktivnem blatu v posodi za prezračevanje naj bo določena v g/l dvakrat na teden. Če preseže 2,5 g/l, je potrebno prebitok aktivnega blata odstraniti.

Preskus razgradnje poteka pri sobni temperaturi; ta naj bo stalna in v mejah med 19 °C in 24 °C.

1.7 *Izračun biorazgradljivosti*

Odstotek razgradnje površinske aktivne snovi se izračuna vsak dan na podlagi vsebnosti površinske aktivne snovi v mg/l v sintetičnih odplakah in odplakah, zbranih v posodi F.

Tako dobljene vrednosti razgradnje se prikažejo grafično, kakor je prikazano na sliki 3.

Razgradljivost površinske aktivne snovi naj bo izračunana kot aritmetična sredina podatkov, dobljenih v enaindvajsetih dneh, ki sledijo obdobju uvajanja in prilagajanja, v katerih je bilo delovanje naprave nemoteno in razgradnja enakomerna. V nobenem primeru obdobje uvajanja ne sme presegati šest tednov.

Vrednosti dnevne razgradnje se izračunajo na 0,1 % natančno, končni rezultat pa se zaokroži na najbližje celo število.

V nekaterih primerih se sme dopustiti zmanjšanje pogostosti vzorčenja, za izračun povprečja pa je treba uporabiti vsaj štirinajst rezultatov, zbranih v enaindvajsetih dneh, po obdobju uvajanja.

2. **Določanje anionske površinske aktivne snovi v preskusih biološke razgradljivosti**

2.1 *Princip*

Metoda temelji na dejstvu, da kationsko barvilo metilen modro tvori modre soli z anionskimi površinsko aktivnimi snovmi (MBAS), ki jih lahko ekstrahiramo s kloroformom. Da preprečimo motnje, najprej izvedemo ekstrakcijo iz alkalne raztopine, nato pa ekstrakt stresamo s kislom raztopino metilen-modrega. Absorbanco ločene organske faze merimo fotometrično pri valovni dolžini absorpcijskega maksimuma 650 nm.

2.2 *Reagenti in oprema*

2.2.1 *Puferska raztopina pH 10*

24 g natrijevega hidrogen karbonata (NaHCO_3) AR in 27 g brezvodnega natrijevega karbonata (Na_2CO_3) AR raztopimo v deionizirani vodi in dopolnimo do 1 000 ml.

- 2.2.2 Nevtralna raztopina metilen-modrega
0,35 g metilen-modrega (AR) raztopimo v deionizirani vodi in dopolnimo do 1 000 ml. Raztopino pripravimo vsaj štiriindvajset ur pred uporabo. Absorbanca slepe kloroformske faze v primerjavi s kloroformom ne sme presežati 0,015 na 1 cm debeline plasti pri 650 nm.
- 2.2.3 Kisla raztopina metilen-modrega
0,35 g metilen-modrega AR raztopimo v 500 ml deionizirane vode in zmešamo s 6,5 ml H_2SO_4 ($\rho = 1,84$ g/ml). Razredčimo do 1 000 ml z deionizirano vodo. Raztopino pripravimo vsaj štiriindvajset ur pred uporabo. Absorbanca slepe kloroformske faze v primerjavi s kloroformom ne sme presežati 0,015 na 1 cm debeline plasti pri 650 nm.
- 2.2.4 Kloroform (triklorometan) AR, sveže destiliran
- 2.2.5 Metilni ester dodecilbenzen sulfonske kisline
- 2.2.6 Etanolna raztopina kalijevega hidroksida, KOH 0,1 M
- 2.2.7 Čisti etanol, C_2H_5OH
- 2.2.8 Žveplova kislina, H_2SO_4 0,5 M
- 2.2.9 Raztopina fenolftaleina
1 g fenolftaleina raztopimo v 50 ml etanola in med stalnim mešanjem dodamo 50 ml deionizirane vode. Morebitne usedline odstranimo s filtriranjem.
- 2.2.10 Metanolna raztopina klorovodikove kisline: 250 ml klorovodikove kisline AR in 750 ml metanola
- 2.2.11 Lij ločnik, 250 ml
- 2.2.12 Merilna bučka, 50 ml
- 2.2.13 Merilna bučka, 500 ml
- 2.2.14 Merilna bučka, 1 000 ml
- 2.2.15 Bučka z okroglim dnom, s steklenim zamaškom, z obrušom in hladilnikom, 250 ml; vrelni kamenčki
- 2.2.16 pH meter
- 2.2.17 Fotometer za merjenja pri 650 nm, z 1- do 5-cm kivetami
- 2.2.18 Kvalitativni filtrirni papir

2.3 Postopek

Vzorci za analizo se ne smejo jemati skozi plast pene.

Pred uporabo opremo za analizo temeljito očistimo z vodo in speremo z metanolno raztopino klorovodikove kisline (2.2.10) in nato z deionizirano vodo.

Vzorče, vzete iz pritoka in odtoka naprave z aktivnim blatom, ki jih analiziramo, takoj po vzorčenju filtriramo. Prvih 100 ml filtratov zavržemo.

Izmerjen volumen vzorca, po potrebi nevtraliziranega, prenesemo v 250-ml lij ločnik (2.2.11). Količina vzorca mora vsebovati med 20 in 150 g MBAS. Pri nižji vsebnosti MBAS se lahko uporabi do 100 ml vzorca. Če se ga uporabi manj kot 100 ml, se ga razredči do 100 ml z deionizirano vodo. Vzorcju dodamo 10 ml puferske raztopine (2.2.1), 5 ml nevtralne raztopine metilen-modrega (2.2.2) in 15 ml kloroforma (2.2.4). Mešanico enakomerno in ne preveč močno stresamo eno minuto. Po ločitvi faz plast kloroforma odlijemo v drug lij ločnik, ki vsebuje 110 ml deionizirane vode in 5 ml kisle raztopine metilen-modrega (2.2.3). Mešanico stresamo eno minuto. Plast kloroforma prelijemo skozi filter iz bombažne vate, predhodno očiščen in navlažen s kloroformom, v merilno bučko (2.2.12).

Alkalne in kisle raztopine trikrat ekstrahiramo, pri čemer za drugo in tretjo ekstrakcijo uporabimo po 10 ml kloroforma. Združene kloroformske ekstrakte filtriramo skozi isti filter iz bombažne vate in jih v 50-ml bučki (2.2.12) razredčimo do oznake s kloroformom, uporabljenim za izpiranje vate. S fotometrom izmerimo absorbanco raztopine kloroforma v primerjavi s kloroformom pri 650 nm v 1- do 5-cm kivetah. Celotni postopek izvedemo tudi s slepim preskusom.

2.4 Umeritvena krivulja

Iz standardne spojine metilnega estra dodecilbenzen sulfonske kisline (tetrapropilen tip molekulske mase 340) pripravimo umeritveno raztopino po umiljenju v kalijevo sol. MBAS izračunamo kot natrijev dodecil benzen sulfonat (molekulska masa 348).

Iz tehtalne pipete natehtamo 400 do 450 mg metilnega estra dodecilbenzen sulfonske kisline (2.2.5) na 0,1 mg natančno v bučko z okroglim dnom in dodamo 50 ml etanolne raztopine kalijevega hidroksida (2.2.6) in nekaj vrelnih kamenčkov. Na bučko namestimo hladilnik in pustimo vreti raztopino eno uro. Ko se aparatura ohladi, jo izperemo s približno 30 ml etanola, katerega nato dodamo k vsebini bučke. Raztopino titriramo z žveplovo kislino v prisotnosti fenolftaleina, dokler ta ne postane brezbarven. To raztopino prenesemo v 1 000 ml merilno bučko (2.2.14), razredčimo z deionizirano vodo do oznake in pomešamo.

Del te osnovne standardne raztopine površinsko aktivne snovi se ponovno razredči. Odvzamemo 25 ml te raztopine, prenesemo v 500 ml merilno bučko (2.2.13), dolijemo deionizirano vodo do oznake in premešamo.

Ta standardna raztopina vsebuje:

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

kjer je E masa vzorca v mg.

Za določitev umeritvene krivulje odvzamemo 1, 2, 4, 6, 8 ml standardne raztopine in posamezne odvzete količine razredčimo do 100 ml z deionizirano vodo. Naprej postopamo kakor je navedeno pod točko 2.3, vključno s slepim preskusom.

2.5 Izračun rezultatov

Količina anionskepovršinsko aktivne snovi (MBAS) v vzorcu se odčita iz umeritvene krivulje (2.4). Vsebnost MBAS v vzorcu se izračuna:

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

kjer je: V = ml volumen uporabljenega vzorca.

Rezultate podamo kot natrijev dodecil benzen sulfonat (molekulska masa 348).

2.6 Podajanje rezultatov

Rezultati se izrazijo kot MBAS mg/l na 0,1 natančno.

3. Določanje neionskih površinsko aktivnih snovi v tekočini za preskus biorazgradnje

3.1 Princip

Površinsko aktivne snovi se koncentrirajo in izolirajo s plinsko ekstrakcijo. Količina neionskih površinsko aktivnih snovi v uporabljenih vzorcih naj bo v območju 250–800 g.

Ekstrahirana površinsko aktivna snov se raztopi v etilacetatu.

Po separaciji faz in odparevanju topila se neionska površinsko aktivna snov obori v vodni raztopini z modificiranim Dragendorffovim reagentom ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ledocetna kislina}$).

Oborina se filtrira, spere z ledocetno kislino in raztopi v raztopini amonijevega tartrata. Bizmut v raztopini se določi s potenciometrično titracijo z raztopino pirolidinditiokarbamata pri pH 4–5 z indikatorsko platinsko in kalomelno ali srebro/srebrov klorid referenčno elektrodo. Metoda je uporabna za neionske površinsko aktivne snovi, ki vsebujejo 6–30 alkilenoksidnih skupin.

Rezultat titracije se pomnoži z empiričnim faktorjem 54 za pretvorbo na referenčno substanco nonilfenol, kondenziran z 10 moli etilen oksida (NP 10).

3.2 Reagenti in oprema

Reagenti se pripravijo z deionizirano vodo.

3.2.1 Čisti etilacetat, sveže destiliran

3.2.2 Natrijev bikarbonat, NaHCO_3 AR.

- 3.2.3 Razredčena klorovodikova kislina (20 ml koncentrirane kisline (HCl) z vodo razredčimo na 1 000 ml)
- 3.2.4 Metanol AR, sveže destilirani, shranjen v steklenici.
- 3.2.5 Bromokrezol vijolično, 0,1 g v 100 ml metanola.
- 3.2.6 Reagent za obarjanje: reagent za obarjanje je mešanica dveh prostorninskih delov raztopine A in enega prostorninskega dela raztopine B. Mešanico shranimo v rjavi steklenici in je uporabna en teden po pripravi.
- 3.2.6.1 Raztopina A
1,7 g bizmutovega nitrata $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ AR Raztopimo v 20 ml ledocetne kisline in dolijemo vode do 100 ml. V 200 ml vode raztopimo 65 g kalijevega jodida AR. Ti dve raztopini zmešamo v 1 000 ml merilni bučki, dodamo 200 ml ledocetne kisline (3.2.7) in dolijemo vode do oznake.
- 3.2.6.2 Raztopina B
Raztopimo 290 g barijevega klorida $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ AR v 1 000 ml vode.
- 3.2.7 99–100 % ledocetna kislina (nižje koncentracije so neprimerne).
- 3.2.8 Raztopina amonijevega tartrata: zmešamo 12,4 g vinske kisline AR in 12,4 ml raztopine amoniaka AR ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) ter dolijemo vode do 1 000 ml (ali uporabi ekvivalentno množino amonijevega tartrata AR).
- 3.2.9 Razredčena raztopina amoniaka: 40 ml raztopine amoniaka AR ($d = 0,910 \text{ g/ml}$), razredčene z vodo na 1 000 ml.
- 3.2.10 Standardni acetatni pufer: v 500 ml vode raztopimo 40 g trdnega natrijevega hidroksida AR in pustimo, da se ohladi. Dodamo 120 ml ledocetne kisline (3.2.7). Temeljito premešamo, ohladimo in prenesemo v 1 000 ml merilno bučko. Dolijemo vode do oznake 1 000 ml.
- 3.2.11 Raztopina pirolidinditiokarbamata (znana kot „raztopina karbata“): v približno 500 ml vode raztopimo 103 g natrijevega pirolidinditiokarbamata $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dodamo 10 ml n-amil alkohola AR in 0,5 g NaHCO_3 AR ter dolijemo vode do 1 000 ml.
- 3.2.12 Raztopina bakrovega sulfata (za standardizacijo 3.2.11).
- OSNOVNA RAZTOPINA
Zmešamo 1,249 g bakrovega sulfata $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ AR s 50 ml 0,5 M žveplove kisline in dolijemo vode do 1 000 ml.
- STANDARDNA RAZTOPINA
Zmešamo 50 ml osnovne raztopine z 10 ml 0,5 M H_2SO_4 in dolijemo vode do oznake 1 000 ml.
- 3.2.13 Natrijev klorid AR.
- 3.2.14 Priprava za plinsko ekstrakcijo (glej sliko 5).
Premer sintranega diska mora biti enak notranjemu premeru cilindra.
- 3.2.15 Lij ločnik, 250 ml.
- 3.2.16 Magnetno mešalo z magnetom velikosti 25–30 mm.
- 3.2.17 Talilni lonček Gooch, premer perforiranega dna = 25 mm, tip G 4.
- 3.2.18 Okrogli filtrirni papir iz steklenih vlaken premera 27 mm s premerom vlaken 0,3–1,5 m.
- 3.2.19 Dve presesalni buči z adapterjem in gumijastim nastavkom, 500 in 250 ml.
- 3.2.20 Zapisovalni potenciometer s svetlo platinsko indikatorsko elektrodo in kalomelno ali srebro/srebrov klorid referenčno elektrodo z območjem napetosti 250 mV in z avtomatsko bireto volumna 20–25 ml ali alternativna ročna oprema.
- 3.3 *Metoda*
- 3.3.1 Koncentriranje in ločevanje površinsko aktivnih snovi
Vodni vzorec prefiltriramo skozi kvalitativni filtrirni papir. Prvih 100 ml filtrata zavržemo.
V pripravo za plinsko ekstrakcijo, predhodno sprano z etilacetatom, namerimo toliko vzorca, da vsebuje 250–800 g neionske površinsko aktivne snovi.

Za izboljšanje separacije dodamo 100 g natrijevega klorida in 5 g natrijevega bikarbonata.

Če prostornina vzorca presega 500 ml, dodamo te soli v pripravo za plinsko ekstrakcijo v trdni obliki in jih raztopimo s prepihavanjem z dušikom ali zrakom.

Če je uporabljena manjša količina vzorca, raztopimo soli v 400 ml vode in nato dodamo v pripravo za plinsko ekstrakcijo.

Dolijemo vodo do zgornjega ventila.

Nad vodno površino previdno dolijemo 100 ml etilacetata.

Dve tretjini stekleničke za spiranje napolnemo z etilacetatom v toku plina (dušik ali zrak).

Skozi aparaturo spustimo tok plina 30–60 l/h; uporaba merilnika pretoka je priporočena. Stopnja prezračevanja se mora na začetku postopoma povečevati. Pretok plina mora biti naravnan tako, da fazi ostaneta opazno ločeni ter da se voda in etilacetat ne mešata. Po petih minutah zapremo tok plina.

Če je zmanjšanje prostornine organske faze zaradi raztapljanja v vodi večje od 20 %, je treba delovno operacijo ponoviti in pri tem posebno pozornost posvečati pretoku plina.

Odljemo organsko fazo v lij ločnik. Če v njem ostane kaj vode (naj ne preseže nekaj ml), jo vrnemo v aparaturo. Etilacetatno fazo filtriramo skozi suh kvalitativni filtrirni papir v 250 ml čašo.

V aparaturo za plinsko ekstrakcijo nalijemo dodatnih 100 ml etilacetata in ponovimo prepihavanje z zrakom ali dušikom za pet minut. Odljemo organsko fazo v lij ločnik, uporabljen pri prvem ločevanju, zavržemo vodno fazo in prefiltriramo organsko fazo skozi isti filter kot prvi odmerek etilacetata. Lij ločnik in filter speremo s približno 20 ml etilacetata.

Etilacetatni ekstrakt izparevamo do suhega na vodni kopeli v digestoriju. Za hitreše izparevanje usmerimo rahel tok zraka čez raztopino.

3.3.2 Obarjanje in filtriranje

Suh preostanek iz 3.3.1 raztopimo v 5 ml metanola, dodamo 40 ml vode in 0,5 ml razredčene HCl (3.2.3) ter raztopino mešamo z magnetnim mešalom.

Tej raztopini dodamo z merilnim valjem 30 ml reagenta za obarjanje (3.2.6). Oborina nastane ob stalnem mešanju. Po desetminutnem mešanju pustimo raztopino stati vsaj pet minut.

Raztopino prefiltriramo skozi talilni lonček Gooch, katerega dno je prekrito s filtrirnim papirjem iz steklenih vlaken. Najprej s sesanjem speremo filter s približno 2 ml ledocetne kisline. Potem temeljito speremo čašo, magnet in talilni lonček s približno 40–50 ml ledocetne kisline. Kvantitativen prenos oborine, ki je ostala na stenah čaše, na filter papir ni nujen, ker se raztopina oborine za titracijo vrne v čašo za obarjanje in s tem se raztopi oborina na stenah čaše.

3.3.3 Raztapljanje oborine

Oborino raztopimo v filtrirnem talilnem lončku z dodatkom raztopine vročega amonijevega tartrata (približno 80 °C) (3.2.8) v treh alikvotih po 10 ml. Vsak alikvot naj stoji v lončku nekaj minut preden ga presesamo skozi filter v bučko.

Vsebino presesalne buče prelijemo v čašo, ki je bila uporabljena za obarjanje. Stene čaše speremo z 20 ml raztopine tartrata, da raztopimo preostalo oborino.

S 150–200 ml vode previdno speremo lonček, nastavek in presesalno bučo in jo prelijemo v čašo za obarjanje.

3.3.4 Titracija

Raztopino mešamo z magnetnim mešalom (3.2.16), dodamo nekaj kapljic bromokrezol vijoličnega (3.2.5) in dodajamo razredčeno raztopino amoniaka (3.2.9), dokler se barva ne spremeni v vijolično (raztopina je na začetku rahlo kislja zaradi ostankov očetne kisline po spiranju).

Dodamo 10 ml standardnega acetatnega pufra (3.2.10), v raztopino potopimo elektrodi in potenciometrično titriramo s standardno „raztopino karbata“ (3.2.11) tako, da je konica birete potopljena v raztopino.

Hitrost titracije ne sme presežati 2 ml/min.

Končna točka je presečišče tangent obeh vej titracijske krivulje.

Včasih je mogoče zaznati raven iztek krivulje, kar lahko preprečimo s previdnim čiščenjem platinske elektrode (s poliranjem s smirkovim papirjem).

3.3.5 Slepi preskus

Sočasno ves postopek opravimo tudi s slepim preskusom s 5 ml metanola in 40 ml vode po navodilih iz 3.3.2. Slepa titracija naj bo pod 1 ml, sicer je čistota reagentov (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10) dvomljiva, še posebno vsebnost težkih kovin, zato jih je treba zamenjati. Slepi preskus naj se upošteva pri izračunih rezultatov.

3.3.6 Kontrola faktorja „raztopine karbata“

Določimo faktor raztopine karbata na dan uporabe. To naredimo tako, da titriramo 10 ml raztopine bakrovega sulfata (3.2.12) z raztopino karbata po dodatku 100 ml vode in 10 ml standardnega acetatnega pufru (3.2.10). Če je volumen porabljenega karbamata a ml, potem je faktor f:

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

in vsi rezultati titracij se množijo s tem faktorjem.

3.4 Izračun rezultatov

Vsaka neionska površinsko aktivna snov ima svoj faktor glede na svojo sestavo, še posebej glede na dolžino verige alkenoksida. Koncentracija neionskih površinsko aktivnih snovi je izražena kot standardna substanca – nonilfenol z 10 etilenoksidnimi enotami (NP 10) – katerega faktor pretvorbe je 0,054.

Z uporabo tega faktorja se količina površinsko aktivne snovi v vzorcu izrazi v mg NP 10 ekvivalenta, kot sledi:

$$(b-c) \times f \times 0,054 = \text{mg neionske površinsko aktivne snovi kot NP 10,}$$

pri čemer je:

b = prostornina „raztopine karbata“, uporabljene za vzorec (ml),

c = prostornina „raztopine karbata“, uporabljene za slepi preskus (ml),

f = faktor „raztopine karbata“.

3.5 Podajanje rezultatov

Rezultati se izrazijo v mg/l kot NP 10 na 0,1 natančno.

4. Predhodna obdelava anionskih površinsko aktivnih snovi, namenjenih preskušanju

4.1 Uvodne pripombe

4.1.1 Obdelava vzorcev

Obdelava anionskih površinsko aktivnih snovi in sestavljenih detergentov pred določanjem biorazgradljivosti v potrdilnem preizkusu obsega:

Proizvodi	Obdelava
Anionske površinsko aktivne snovi	Brez obdelave
Sestavljeni detergenti	Ekstrakcija z alkoholom, ki ji sledi ločitev anionskih površinsko aktivnih snovi z ionsko izmenjavo.

Namen ekstrakcije z alkoholom je odstranitev netopnih in anorganskih sestavin v komercialnem proizvodu, ki lahko v nekaterih okoliščinah motijo preskus biorazgradljivosti.

4.1.2 Postopek ionske izmenjave

Za pravičen preskusov biorazgradljivosti je potrebna izolacija in ločitev anionskih površinsko aktivnih snovi od mila, neionskih in kationskih površinsko aktivnih snovi.

To se doseže z ionsko izmenjavo na makroporoznem izmenjevalnem gelu in z primernimi eluenti za frakcionirno izpiranje. Tako se lahko mila, anionske in neionske površinsko aktivne snovi izolirajo v enem postopku.

4.1.3 Analizna kontrola

Po homogenizaciji se koncentracija anionskih površinsko aktivnih snovi v sintetičnem detergentu določi po analiznem postopku MBAS. Vsebnost mila se določi z ustrežno analizno metodo.

Ta analiza proizvodov je nujna za izračun količin, potrebnih za pripravo frakcij za preizkus biorazgradljivosti.

Kvantitativna ekstrakcija ni potrebna; ekstrahirati pa je treba vsaj 80 % anionskih površinsko aktivnih snovi. Običajno se jih dobi 90 % ali več.

4.2 Princip

Iz homogenega vzorca (praški, posušene kreme in tekočine) pridobimo etanolni ekstrakt, ki vsebuje površinsko aktivne snovi, mila in druge v alkoholu topne sestavine vzorca sintetičnega detergenta.

Etanolni ekstrakt uparimo do suhega, raztopimo v mešanici izopropanola in vode, dobljeno raztopino pa spustimo skozi kombinacijo močno kislega kationskega izmenjevalca in makroporoznega anionskega izmenjevalca, segreto na 50 °C. Ta temperatura je potrebna, da se prepreči usedanje maščobnih kislin, ki se lahko pojavi v kislem mediju.

Vse neionske površinsko aktivne snovi ostanejo v raztopini.

Maščobne kisline iz mila se ločijo s spiranjem z etanolom, ki vsebuje CO₂. Anionske površinsko aktivne snovi se nato izperejo kot amonijeve soli s spiranjem z vodno izopropanolno raztopino amonijevega bikarbonata. Te amonijeve soli se uporabljajo za preskus razgradnje.

Kationske površinsko aktivne snovi, ki bi lahko motile preizkus biorazgradljivosti in analizni postopek, se odstranijo s kationskim izmenjevalcem, nameščenim nad anionskim izmenjevalcem.

4.3 Kemikalije in oprema

4.3.1 Deionizirana voda

4.3.2 Etanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (dopusten denaturant: metil etil keton ali metanol)

4.3.3 Mešanica izopropanola in vode (50/50 v/v):

- 50 prostorninskih delov izopropanola (CH₃CHOH CH₃), in
- 50 prostorninskih delov vode (4.3.1)

4.3.4 Raztopina ogljikovega dioksida v etanolu (približno 0,1 % CO₂): ogljikov dioksid (CO₂) s pomočjo cevi za vpihanje z vgrajenim sinterjem deset minut uvajamo skozi etanol (4.3.2). Uporabljamo samo svežo raztopino

4.3.5 Raztopina amonijevega bikarbonata (60/40 v/v): 0,3 mol NH₄HCO₃ v 1 000 ml mešanice izopropanola in vode, ki sestoji iz 60 prostorninskih delov izopropanola in 40 prostorninskih delov vode (4.3.1)

4.3.6 Kationski izmenjevalec (KAT), močno kisel, odporen na alkohol (50-100 mesh)

4.3.7 Anionski izmenjevalec (AAT), makroporozen, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) ali ekvivalenten

4.3.8 Klorovodikova kislina, 10 % HCl (masni %)

4.3.9 2 000 ml bučka z okroglim dnom s steklenim zamaškom z obrušom in hladilnikom

4.3.10 Filtrirna nuča s premerom 90 mm (z možnostjo gretja) za filter papir

4.3.11 2 000-ml filtrirna bučka

4.3.12 Izmenjevalne kolone z grelnim plaščem in pipo: notranji premer cevi je 60 mm, višina je 450 mm (slika 4)

4.3.13 Vodna kopel

4.3.14 Vakuumska peč za sušenje

4.3.15 Termostat

4.3.16 Rotavapor

4.4 *Priprava ekstrakta in ločevanje anionskih aktivnih snovi*

4.4.1 Priprava ekstrakta

Potrebna količina površinsko aktivnih snovi za preizkus biorazgradljivosti je približno 50 g MBAS.

Običajno količina proizvoda za ekstrakcijo ne bo presežala 1 000 g, lahko pa bo treba ekstrahirati dodatne količine vzorca. Iz praktičnih razlogov naj bi bila količina proizvoda pri pripravi ekstraktov za preskus biorazgradljivosti v večini primerov omejena na 5 000 g.

Izkušnje kažejo, da ima uporaba več majhnih ekstrakcij prednost pred uporabo ene večje. Količine, določene za izmenjalec so načrtovane za delovno zmogljivost 600-700 mmol površinsko aktivnih snovi in mila.

4.4.2 Izolacija v alkoholu topnih sestavin

V 1 250 ml etanola dodamo 250 g sintetičnega detergenta za analizo, raztopino segrejemo do vrelišča in jo med mešanjem refluktiramo eno uro. Vročo alkoholno raztopino hitro filtriramo skozi grob presesalni filter, segret na 50 °C. Bučko in presesalni filter izperemo s približno 200 ml vročega etanola. Filtrat in sprane ostanke zberemo v presesalni bučki.

Pri mazavih ali tekočih produktih za analizo poskrbimo, da vzorec vsebuje največ 55 g anionskih površinsko aktivnih snovi in 35 g mila. Zatehtani vzorec uparevamo do suhega. Ostanek raztopimo v 2 000 ml etanola in naprej postopamo, kakor je opisano zgoraj. Pri praških z manjšo navidezno gostoto (< 300 g/l) je priporočljivo povečati delež etanola v razmerju 20: 1. Etanolni filtrat uparevamo do suhega, po možnosti z rotavaporjem, če je potrebna večja količina ekstrakta. Postopek ponovimo. Ostanek raztopimo v 5 000 ml mešanice izopropanola in vode.

Priprava ionskih izmenjevalnih kolon

4.4.3 KATIONSKA IZMENJEVALNA KOLONA

600 ml kationskega izmenjevalnega gela (4.3.6) prenesemo v 3 000 ml čašo in ga prekrijemo z 2 000 ml klorovodikove kisline (4.3.8). Pustimo ga stati najmanj dve uri in ga občasno premešamo.

Kislino oddekaniramo in gel prenesemo v kolono (4.3.12) s pomočjo deionizirane vode. Kolona mora imeti zamašek iz steklene volne.

Kolono izperemo z deionizirano vodo s pretokom 10-30 ml/minuto, dokler v eluatu ni več kloridnih ionov.

Vodo zamenjamo z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (4.3.3) s pretokom 10-30 ml/minuto. Izmenjevalna kolona je zdaj pripravljena.

ANIONSKA IZMENJEVALNA KOLONA

600 ml anionskega izmenjevalnega gela (4.3.7) prenesemo v 3 000 ml čašo in ga prekrijemo z 2 000 ml deionizirane vode.

Gel pustimo stati vsaj dve uri, da nabrekne.

Gel prenesemo v kolono s pomočjo deionizirane vode. Kolona mora imeti zamašek iz steklene volne.

Kolono spiramo z 0,3 M raztopino amonijevega bikarbonata (4.3.5), dokler v eluatu ni več klorida. Za to potrebujemo približno 5 000 ml raztopine. Ponovno jo izperemo z 2 000 ml deionizirane vode. Nadomestimo vodo z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (4.3.3) pri pretoku 10-30 ml/min. Izmenjevalna kolona je zdaj v -OH obliki in pripravljena.

Postopek ionske izmenjave

- 4.4.4 Izmenjevalni koloni povežemo tako, da kationsko izmenjevalno kolono namestimo na vrh anionske izmenjevalne kolone.

Izmenjevalni koloni segrejemo na 50 °C s pomočjo kontrole s termostatom.

5 000 ml raztopine, dobljene v točki 4.4.2 segrejemo na 60 °C in raztopino spustimo skozi kombinacijo izmenjevalcev s pretokom 20 ml/min. Koloni izperemo s 1 000 ml vroče mešanice izopropanola in vode (4.3.3).

Da dobimo anionske površinsko aktivne snovi (MBAS), kationsko kolono (KAT) odstranimo. S 5 000 ml raztopine etanola/CO₂ pri 50 °C (4.3.4) izperemo iz kationske kolone milne maščobne kisline. Eluat zavržemo.

MBAS eluiramo iz AAT kolone s 5 000 ml raztopine amonijevega bikarbonata (4.3.5). Eluat uparimo do suhega na parni kopeli ali v rotavaporju.

Ostanki vsebuje MBAS (v obliki amonijeve soli) in morebitne površinsko neaktivne anionske snovi, ki nimajo škodljivega vpliva na preizkus biorazgradljivosti. K ostanku dodamo deionizirano vodo do določenega volumna in določimo vsebnost MBAS v alikvotu. Raztopina se uporablja kot standardna raztopina anionskih sintetičnih detergentov za preskus biorazgradljivosti. Raztopino hranimo pri temperaturi pod 5 °C.

Regeneracija ionskega izmenjevalnega gela

- 4.4.5 Kationski izmenjevalec se po uporabi zavrže.

Anionski izmenjevalni gel se regenerira tako, da kolono speremo z dodatno količino raztopine amonijevega bikarbonata (4.3.5) s pretokom približno 10 ml/min, dokler eluat ne vsebuje več anionskih površinsko aktivnih snovi (preskus z metilen-modrim).

Zatem se ionski izmenjevalec spere z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (4.3.3). Tako je anionski izmenjevalec spet pripravljen za uporabo.

Predhodna obdelava neionskih površinsko aktivnih snovi, namenjenih preskušanjju

5. Uvodne pripombe

5.1 Obdelava vzorcev

- 5.1.1 Obdelava neionskih površinsko aktivnih snovi in sestavljenih detergentov pred določanjem biorazgradljivosti v potrdilnem preizkusu obsega:

Namen ekstrakcije z alkoholom je odstranitev netopnih in anorganskih sestavin v komercialnem proizvodu, ki lahko v nekaterih okoliščinah motijo preskus biorazgradljivosti.

Proizvodi	Obdelava
Neionske površinsko aktivne snovi	Brez obdelave
Sestavljeni detrgenti	Ekstrakcija z alkoholom, ki ji sledi ločitev neionskih površinsko aktivnih snovi z ionsko izmenjavo.

Ionska izmenjava

- 5.1.2 Izolacija in separacija neionskih površinsko aktivnih snovi iz mila, anionskih in kationskih površinsko aktivnih snovi sta potrebni za pravilnost preskusov biorazgradljivosti.

To se doseže s postopkom ionske izmenjave s pomočjo makroporoznega izmenjevalnega gela in primernih eluentov za frakcionirno izpiranje. Tako se lahko milo, anionske in neionske površinsko aktivne snovi izolirajo v enem postopku.

Analizna kontrola

- 5.1.3 Po homogenizaciji se koncentracija anionskih in neionskih površinsko aktivnih snovi v detergentih določi po analinem postopku MBAS in BiAS. Vsebnost mila se določi s primerno analizno metodo.

Ta analiza proizvodov je nujna za izračun količin, potrebnih za pripravo frakcij za preskus biorazgradljivosti.

Kvantitativna ekstrakcija ni potrebna, vendar naj bo ekstrahiranih vsaj 80 % neionskih površinsko aktivnih snovi. Običajno se jih dobi 90 % ali več.

Princip

- 5.2 *Iz homogenega vzorca (praški, posušene kreme in tekočine) pridobimo etanolni ekstrakt, ki vsebuje površinsko aktivne snovi, milo in druge v alkoholu topne sestavine vzorca detergenta.*

Etanolni ekstrakt uparimo do suhega, raztopimo v mešanici izopropanola in vode, dobljeno raztopino pa spustimo skozi kombinacijo močno kislega kationskega izmenjevalca in makroporoznega anionskega izmenjevalca, segreto na 50 °C. Ta temperatura je potrebna, da se prepreči usedanje maščobnih kislin, ki se lahko pojavi v kislem mediju. Neionske površinsko aktivne snovi dobimo iz iztoka z uparivanjem.

Kationske površinsko aktivne snovi, ki bi lahko motile preskus razgradljivosti in analizni postopek, odstranimo s kationskim izmenjevalcem, nameščenim nad anionskim izmenjevalcem.

Kemikalije in oprema

- 5.3 *Deionizirana voda*

- 5.3.1 Etanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (dopusten denaturant: metil etil keton ali metanol)

- 5.3.2 Mešanica izopropanola in vode (50/50 v/v):

- 5.3.3 50 prostorninskih delov izopropanola CH₃CHOH.CH₃ in

— 50 prostorninskih delov vode (5.3.1)

— Raztopina amonijevega bikarbonata (60/40 v/v):

- 5.3.4 0,3 mol NH₄HCO₃ v 1 000 ml mešanice izopropanola in vode, ki sestoji iz 60 prostorninskih delov izopropanola in 40 prostorninskih delov vode (5.3.1)

Kationski izmenjevalec (KAT), močno kisel, odporen na alkohol (50-100 mesh)

- 5.3.5 Anionski izmenjevalec (AAT), makroporozen, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) ali ekvivalent

- 5.3.6 Klorovodikova kislina, 10 % HCl (masni %)

- 5.3.7 2 000 ml bučka z okroglim dnom s steklenim zamaškom z obrušom in hladilnikom

- 5.3.8 Filtrirna nuča s premerom 90 mm (z možnostjo gretja) za filter papir

- 5.3.9 2 000-ml filtrirna bučka

- 5.3.10 Izmenjevalne kolone z grelcem in pipo: notranji premer cevi je 60 mm, višina je 450 mm (slika 4)

- 5.3.11 Vodna kopel

- 5.3.12 Vakuumska peč za sušenje

- 5.3.13 Termostat

- 5.3.14 Rotavapor

- 5.3.15 Priprava ekstrakta in ločevanje neionskih aktivnih snovi

- 5.4 *Priprava ekstrakta*

- 5.4.1 Potrebna količina površinsko aktivnih snovi za preskus biorazgradljivosti je približno 25 g BiAS.

Pri pripravi ekstraktov za preskuse razgradljivosti naj bo količina uporabljenega produkta največ 2 000 g. Zato bo morda treba opraviti postopek dvakrat ali večkrat, da dobimo zadostno količino za preskus razgradljivosti.

Izkušnje kažejo, da je več majhnih ekstrakcij boljša kot ena večja.

Izolacija v alkoholu topnih sestavin

- 5.4.2 V 1 250 ml etanola dodamo 250 g sintetičnega detergenta za analizo, raztopino segrejemo do vrelišča in jo med mešanjem refluktiramo eno uro. Vročo alkoholno raztopino hitro filtriramo skozi grob presesalni filter, segret na 50 °C. Bučko in presesalni filter izperemo s približno 200 ml vročega etanola. Filtrat in sprane ostanke zberemo v presesalni bučki.

Pri mazavih ali tekočih produktih za analizo poskrbimo, da vzorec vsebuje največ 25 g anionskih površinsko aktivnih snovi in 35 g mila. Zatehtani vzorec uparevamo do suhega. Ostanek raztopimo v 500 ml etanola in naprej postopamo, kakor je opisano zgoraj.

Pri praških z manjšo navidezno gostoto (< 300 g/l) je priporočljivo povečati delež etanola v razmerju 20: 1.

Etanolni filtrat uparevamo do suhega, po možnosti z rotavaporjem. Postopek ponovimo, če je potrebna večja količina ekstrakta. Ostanek raztopimo v 5 000 ml mešanice izopropanola in vode.

- 5.4.3 Priprava ionskih izmenjevalnih kolon

KATIONSKA IZMENJEVALNA KOLONA

600 ml kationskega izmenjevalnega gela (5.3.5) prenesemo v 3 000 ml čašo in ga prekrijemo z 2 000 ml klorovodikove kisline (5.3.7). Pustimo ga stati najmanj dve uri in ga občasno premešamo.

Kislino oddekantiramo in gel prenesemo v kolono (5.3.11) s pomočjo deionizirane vode. Kolona mora imeti zamašek iz steklene volne. Kolono izperemo z deionizirano vodo s pretokom 10-30 ml/minuto, dokler v eluatu ni več kloridnih ionov.

Vodo zamenjamo z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (5.3.3) s pretokom 10-30 ml/minuto. Izmenjevalna kolona je zdaj pripravljena.

ANIONSKA IZMENJEVALNA KOLONA

V čašo damo 600 ml anionsko izmenjevalnega gela (5.3.6) in ga prekrijemo z 2 000 ml deionizirane vode. Gel pustimo nabrekati vsaj dve uri. Gel prenesemo v kolono s pomočjo deionizirane vode. Kolona mora imeti zamašek iz steklene volne.

Kolono spiramo z 0,3 M raztopino amonijevega bikarbonata (5.3.4), dokler v eluatu ni več klorida. Za to potrebujemo 5 000 ml raztopine. Ponovno jo izperemo z 2 000 ml deionizirane vode.

Nadomestimo vodo z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (5.3.3) pri pretoku 10–30 ml/min. Izmenjevalna kolona je zdaj pripravljena in v -OH obliki.

- 5.4.4 Ionska izmenjava

Izmenjevalni koloni povežemo tako, da kationsko izmenjevalno kolono namestimo na vrh anionske izmenjevalne kolone. Izmenjevalni koloni segrejemo na 50 °C s pomočjo kontrole s termostatom. 5 000 ml raztopine, dobljene v točki 5.4.2 segrejemo na 60 °C in raztopino spustimo skozi kombinacijo izmenjevalcev s pretokom 20 ml/min. Koloni izperemo s 1 000 ml vroče mešanice izopropanola in vode (5.3.3).

Da dobimo neionske površinsko aktivne snovi, zberemo filtrat in sprane ostanke s filtra ter uparevamo do suhega, najbolje z rotavaporjem. Ostanek vsebuje BiAS. Dodajamo deionizirano vodo, dokler ne dobimo definirane prostornine, in določimo vsebnost BiAS v alikvotu. Raztopino se uporablja kot standardna raztopina neionske površinsko aktivne snovi v preskusu razgradljivosti. Raztopino hranimo pri temperaturi pod 5 °C.

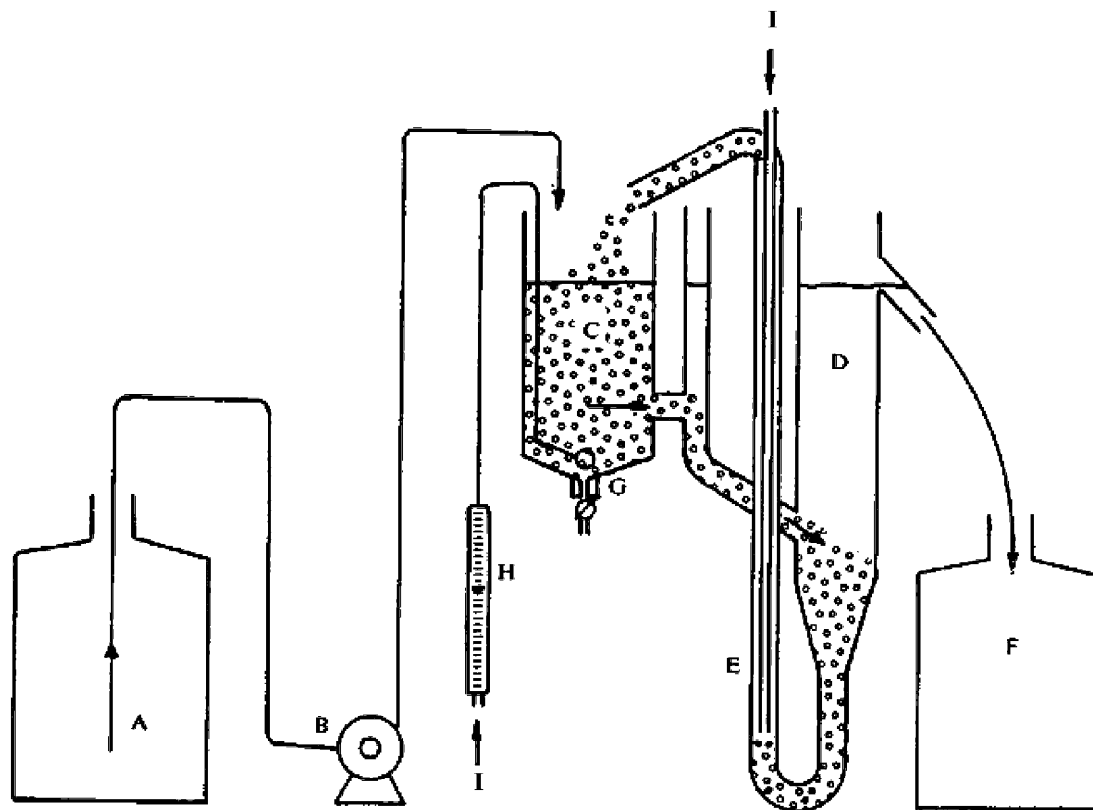
- 5.4.5 Regeneracija ionskega izmenjevalnega gela

Kationski izmenjevalec se po uporabi zavrže.

Anionski izmenjevalni gel se regenerira tako, da kolono speremo s približno 5 000-6 000 ml amonijevega bikarbonata (5.3.4) s pretokom približno 10 ml/min, dokler eluat ne vsebuje več anionskih površinsko aktivnih snovi (preizkus z metilen-modrim). Potem ionski izmenjevalec speremo z 2 000 ml mešanice izopropanola in vode (5.3.3). Tako je anionski izmenjevalec spet pripravljen za uporabo.

Slika 1

Čistilna naprava z aktivnim blatom: shema

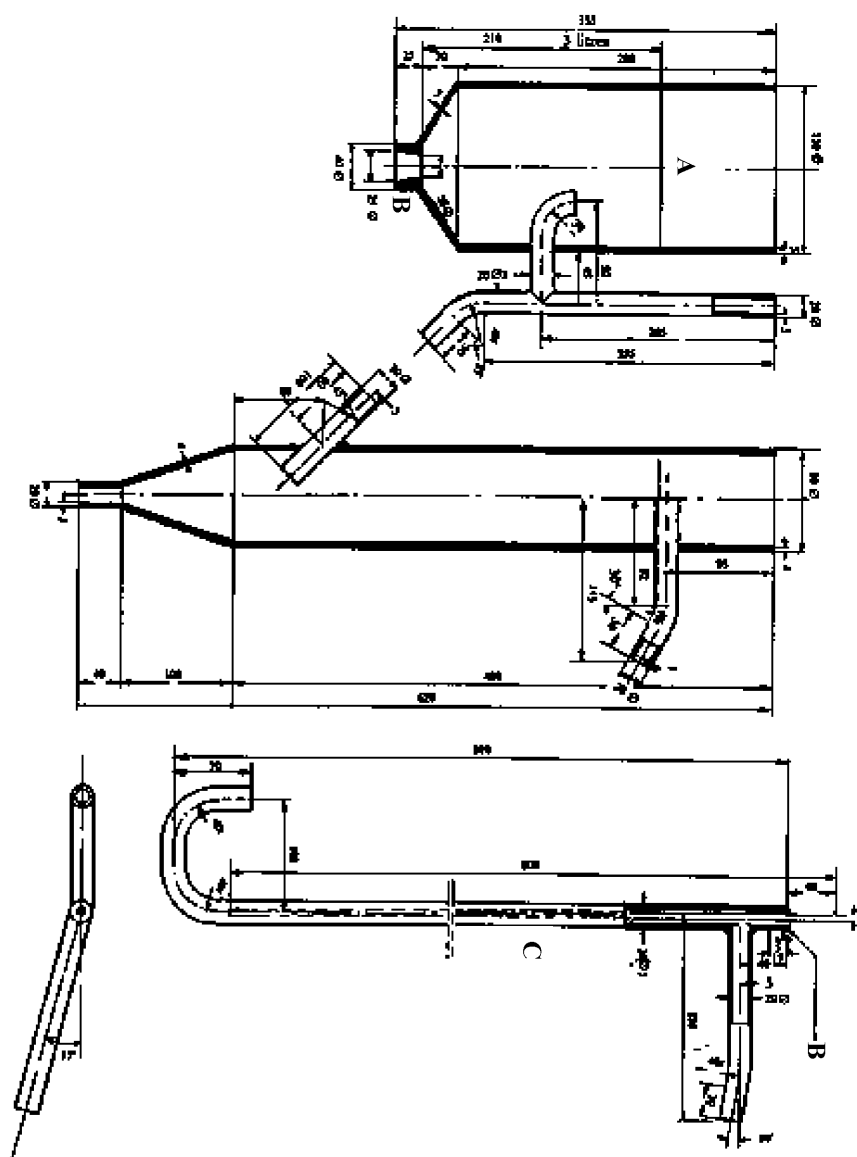


- A. Posoda za shranjevanje
- B. Dozirna črpalka
- C. Prezračevalna komora (s 3-litrsko prostornino)
- D. Posoda za usedanje
- E. Zračna črpalka
- F. Posoda za zbiranje
- G. Sintran ventil
- H. Merilnik pretoka zraka
- I. Zrak

Slika 2

Čistilna naprava z aktivnim blatom: podroben načrt

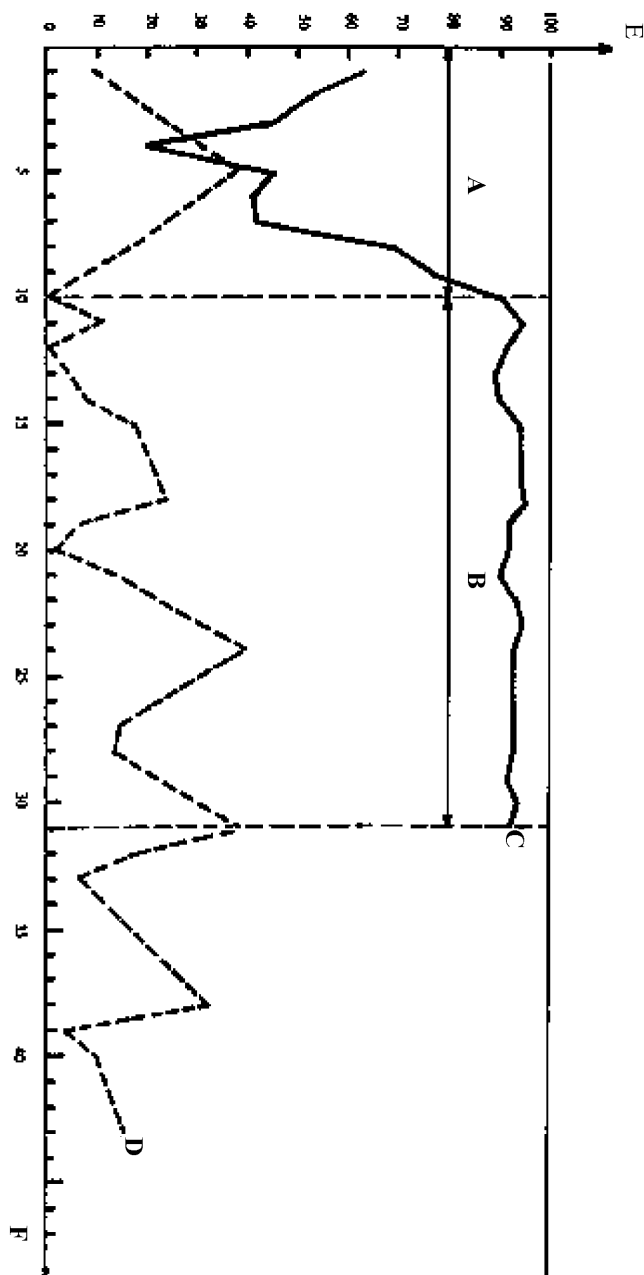
(mere v milimetrih)



- A. Nivo tekočine
- B. Trdi PVC
- C. Steklo ali vodoodporna plastika (trdi PVC)

Slika 3

Izračun biorazgradljivosti – potrdilni preskus

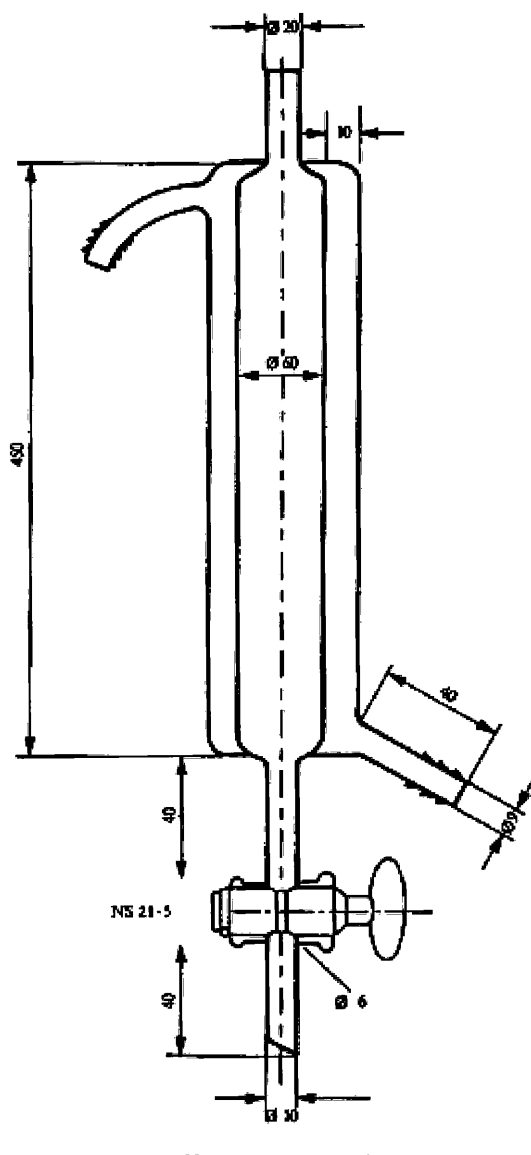


- A. Obdobje uvajanja
- B. Obdobje za izračun (enaindvajset dni)
- C. Lahko razgradljiva površinsko aktivna snov
- D. Težko razgradljiva površinsko aktivna snov
- E. Biorazgradljivost (%)
- F. Čas (v dnevih)

Slika 4

Ogrevana izmenjevalna kolona

(mere v milimetrih)



Slika 5

Priprava za plinsko ekstrakcijo

(mere v milimetrih)

Mere v milimetrih

