

I

(Rättsakter vilkas publicering är obligatorisk)

EUROPAPARLAMENTETS OCH RÅDETS FÖRORDNING (EG) nr 648/2004

av den 31 mars 2004

om tvätt- och rengöringsmedel

(Text av betydelse för EES)

EUROPAPARLAMENTET OCH EUROPEISKA UNIONENS RÅD HAR
ANTAGIT DENNA FÖRORDNING

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen, särskilt artikel 95 i detta,

med beaktande av kommissionens förslag,

med beaktande av Europeiska ekonomiska och sociala kommitténs yttrande ⁽¹⁾,

i enlighet med förfarandet i artikel 251 i fördraget ⁽²⁾, och

av följande skäl:

(1) Rådets direktiv 73/404/EEG av den 22 november 1973 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om tvätt- och rengöringsmedel ⁽³⁾, 73/405/EEG av den 22 november 1973 om tillnärmning av medlemsstaternas lagar om testmetoder för anjoniska ytaktiva ämnens biologiska nedbrytbarhet ⁽⁴⁾, 82/242/EEG av den 31 mars 1982 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om testmetoder för icke-joniska ytaktiva ämnens biologiska nedbrytbarhet ⁽⁵⁾, 82/243/EEG av den 31 mars 1982 om ändring i direktiv 73/405/EEG om tillnärmning av medlemsstaternas lagar om testmetoder för anjon-ytaktiva ämnens biologiska nedbrytbarhet ⁽⁶⁾ och 86/94/EEG av den 10 mars 1986 om ändring för andra gången av direktiv 73/404/EEG om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om tvätt- och rengöringsmedel ⁽⁷⁾ har flera gånger ändrats på väsentliga punkter. Bestämmelserna i fråga bör av tydlighetsskäl och effektivitetsskäl omarbetas och ställas samman till en enda text. Kommissionens rekommendation 89/542/EEG

av den 13 september 1989 ⁽⁸⁾ om märkningsbestämmelser för tvätt- och rengöringsmedel bör också ingå i denna enda text.

(2) Eftersom målet för denna förordning, att trygga den inre marknaden för tvätt- och rengöringsmedel, inte i tillräcklig utsträckning kan uppnås av medlemsstaterna, om det inte finns gemensamma tekniska kriterier för hela gemenskapen, och de därför bättre kan uppnås på gemenskapsnivå, kan gemenskapen vidta åtgärder i enlighet med subsidiaritetsprincipen i artikel 5 i fördraget. I enlighet med proportionalitetsprincipen i samma artikel går denna förordning inte utöver vad som är nödvändigt för att uppnå detta mål. En förordning är det lämpliga rättsliga instrumentet, eftersom tillverkarna direkt åläggs precisa krav som skall genomföras på samma gång och på samma sätt i hela gemenskapen. Teknisk lagstiftning kräver enhetlig tillämpning i medlemsstaterna, och detta kan bara garanteras genom en förordning.

(3) Det behövs en ny definition av tvätt- och rengöringsmedel som täcker likvärdig användning och överensstämmer med utvecklingen på medlemsstatsnivå.

(4) Det är nödvändigt att införa en definition av tensider, vilket saknas i gällande lagstiftning.

(5) Det är viktigt att ge en klar och precis beskrivning av de relevanta formerna av biologisk nedbrytbarhet.

(6) Det bör vidtas åtgärder avseende tvätt- och rengöringsmedel för att se till att den inre marknaden fungerar och för att undvika att konkurrensen begränsas i gemenskapen.

⁽¹⁾ EUT C 95, 23.4.2003, s. 24.

⁽²⁾ Europaparlamentets yttrande av den 10 april 2003 (ännu inte offentliggjort i EUT), rådets gemensamma ståndpunkt av den 4 november 2003 (EUT C 305 E, 16.12.2003, s. 11) och Europaparlamentets ståndpunkt av den 14 januari 2004 (ännu inte offentliggjord i EUT). Rådets beslut av den 11 mars 2004.

⁽³⁾ EGT L 347, 17.12.1973, s. 51. Direktivet senast ändrat genom förordning (EG) nr 807/2003 (EUT L 122, 16.5.2003, s. 36).

⁽⁴⁾ EGT L 347, 17.12.1973, s. 53. Direktivet ändrat genom direktiv 82/243/EEG (EGT L 109, 22.4.1982, s. 18).

⁽⁵⁾ EGT L 109, 22.4.1982, s. 1.

⁽⁶⁾ EGT L 109, 22.4.1982, s. 18.

⁽⁷⁾ EGT L 80, 25.3.1986, s. 51.

⁽⁸⁾ EGT L 291, 10.10.1989, s. 55.

- (7) Som bekräftas i kommissionens Vitbok – Strategi för den framtida kemikaliepolitiken bör lämpliga åtgärder avseende tvätt- och rengöringsmedel säkerställa en hög miljöskyddsnivå, särskilt för vattenmiljön.
- (8) Tvätt- och rengöringsmedel omfattas redan av vissa gemenskapsbestämmelser om tillverkning, korrekt hantering, användning och märkning, framför allt i kommissionens rekommendation 89/542/EEG och kommissionens rekommendation 98/480/EG av den 22 juli 1998 om god miljöpraxis rörande tvättmedel för hushållsbruk⁽¹⁾. Europaparlamentets och rådets direktiv 1999/45/EG av den 31 maj 1999 om tillnärmning av medlemsstaternas lagar och andra författningar om klassificering, förpackning och märkning av farliga preparat⁽²⁾ gäller för tvätt- och rengöringsmedel.
- (9) Ditalgalkyldimetylammoniumklorid (DTDMAC) och nonylfenol (inklusive etoxilatderivat av typen alkylfenoletoxilat (APE)) är prioriterade ämnen som på gemenskapsnivå är föremål för riskbedömning i enlighet med rådets förordning (EEG) nr 793/93 av den 23 mars 1993 om bedömning och kontroll av risker med existerande ämnen⁽³⁾, och vid behov bör adekvata strategier för att begränsa riskerna för exponering för dessa ämnen därför rekommenderas och genomföras inom ramen för andra gemenskapsbestämmelser.
- (10) Gällande lagstiftning om biologisk nedbrytbarhet hos tensider i tvätt- och rengöringsmedel avser endast primär biologisk nedbrytbarhet⁽⁴⁾ och är endast tillämplig på anjoniska⁽⁵⁾ och icke-joniska⁽⁶⁾ tensider. Den bör därför ersättas med ny lagstiftning, där tonvikten läggs på fullständig biologisk nedbrytbarhet och där de viktiga problem som gäller persistenta metaboliters potentiella toxicitet beaktas.
- (11) För detta krävs att det införs en ny uppsättning tester som grundas på EN ISO-standarder och OECD:s riktlinjer och som avgör om direkta tillstånd att släppa ut tvätt- och rengöringsmedel på marknaden skall beviljas.
- (12) För att trygga en hög miljöskyddsnivå bör tvätt- och rengöringsmedel som inte uppfyller de krav som fastställs i denna förordning inte släppas ut på marknaden.
- (13) Vetenskapliga kommittén för toxicitet, ekotoxicitet och miljö avgav den 25 november 1999 ett yttrande om biologisk nedbrytbarhet hos tensider i tvätt- och rengöringsmedel och betydelsen av testmetoder för myndighetskontroll på detta område.
- (14) De nuvarande kraven på primär biologisk nedbrytbarhet bör behållas på en andra nivå och utökas med en kompletterande riskbedömning för sådana tensider som inte uppfyller kraven i testerna för bestämning av fullständig biologisk nedbrytbarhet. För tensider som inte uppfyller kraven i testerna för bestämning av primär biologisk nedbrytbarhet bör det inte genom undantag utfärdas godkännanden för försäljning.
- (15) Kraven på primär biologisk nedbrytbarhet bör utvidgas till att gälla alla tensider, framför allt katjontensider och amfotära tensider, samtidigt som möjlighet ges att tillämpa instrumentella analyser i de fall när halvspecifika analysmetoder inte är lämpliga.
- (16) Fastställande av testmetoder för biologisk nedbrytbarhet och registrering av förteckningar över undantag är tekniska frågor som bör ses över med hänsyn till den tekniska och vetenskapliga utvecklingen och ändringar i lagstiftningen.
- (17) Testmetoderna bör tillhandahålla uppgifter som ger tillräcklig garanti för att tensider i tvätt- och rengöringsmedel är biologiskt nedbrytbara i aerob miljö.
- (18) Testmetoderna för biologisk nedbrytbarhet hos tensider i tvätt- och rengöringsmedel kan ge olika resultat. I så fall bör de kompletteras med ytterligare bedömningar för att de risker som följer av fortsatt användning skall kunna fastställas.
- (19) Bestämmelser bör också fastställas för att tensider i tvätt- och rengöringsmedel som inte uppfyller kraven i testerna för bestämning av fullständig biologisk nedbrytbarhet i undantagsfall skall kunna släppas ut på marknaden, och detta bör ske i varje enskilt fall och på grundval av all relevant information för att säkerställa miljöskyddet.
- (20) De åtgärder som krävs för att genomföra denna förordning bör antas i enlighet med rådets beslut 1999/468/EG av den 28 juni 1999 om de förfaranden som skall tillämpas vid utövandet av kommissionens genomförandebefogenheter⁽⁷⁾.

⁽¹⁾ EGT L 215, 1.8.1998, s. 73.

⁽²⁾ EGT L 200, 30.7.1999, s. 1. Direktivet senast ändrat genom förordning (EG) nr 1882/2003 (EUT L 284, 31.10.2003, s. 1).

⁽³⁾ EGT L 84, 5.4.1993, s. 1. Förordningen senast ändrad genom förordning 1882/2003.

⁽⁴⁾ Direktiven 73/404/EEG och 86/94/EEG.

⁽⁵⁾ Direktiven 73/405/EEG och 82/243/EEG.

⁽⁶⁾ Direktiv 82/242/EEG.

⁽⁷⁾ EGT L 184, 17.7.1999, s. 23.

- (21) Det är lämpligt att erinra om att annan övergripande lagstiftning gäller för tensider i tvätt- och rengöringsmedel, i synnerhet rådets direktiv 76/769/EEG av den 27 juli 1976 om tillnärmning av medlemsstaternas lagar och andra författningar om begränsning av användning och utsläppande på marknaden av vissa farliga ämnen och preparat (beredningar) ⁽¹⁾, genom vilket användning och utsläppande på marknaden av farliga ämnen som omfattas av denna förordning kan förbjudas eller begränsas, rådets direktiv 67/548/EEG av den 27 juni 1967 om tillnärmning av lagar och andra författningar om klassificering, förpackning och märkning av farliga ämnen ⁽²⁾, kommissionens direktiv 93/67/EEG av den 20 juli 1993 om principer för bedömning av risker för människor och miljön med ämnen som anmälts enligt rådets direktiv 67/548/EEG ⁽³⁾, förordning (EEG) nr 793/93 och kommissionens förordning (EG) nr 1488/94 av den 28 juni 1994 om principer för bedömningen av risker för människor och miljö av existerande ämnen ⁽⁴⁾, rådets direktiv 98/8/EG av den 16 februari 1998 om utsläppande av biocidprodukter på marknaden ⁽⁵⁾, Europaparlamentets och rådets direktiv 2004/10/EG av den 11 februari 2004 om harmonisering av lagar och andra författningar om tillämpningen av principerna för god laboratoriesed och kontrollen av tillämpningen vid prov med kemiska ämnen (kodifierad version) ⁽⁶⁾, Europaparlamentets och rådets direktiv 2004/9/EG av den 11 februari 2004 om tillsyn och kontroll avseende god laboratoriesed (GLP) (kodifierad version) ⁽⁷⁾ och rådets direktiv 86/609/EEG av den 24 november 1986 om tillnärmning av medlemsstaternas lagar och andra författningar om skydd av djur som används för försök och andra vetenskapliga ändamål ⁽⁸⁾.
- (22) Det bör åligga tillverkarna att avstå från att saluföra tvätt- och rengöringsmedel som inte överensstämmer med denna förordning och att låta de nationella myndigheterna få tillgång till teknisk dokumentation angående alla ämnen och preparat som omfattas av denna förordning. Detta bör även gälla för tensider som inte uppfyllt kraven i de tester som anges i bilaga III.
- (23) Tillverkare bör kunna ansöka om undantag, och kommissionen bör ha möjlighet att medge sådana undantag enligt det förfarande som avses i artikel 12.2.
- (24) Medlemsstaternas behöriga myndigheter bör kunna vidta åtgärder för att kontrollera tvätt- och rengöringsmedel på marknaden, men bör undvika att upprepa tester som redan gjorts av behöriga laboratorier.
- (25) De nuvarande märkningsbestämmelserna för tvätt- och rengöringsmedel bör fortsätta att gälla, även bestämmelserna i rekommendation 89/542/EEG, som ingår i denna förordning för att målet att modernisera bestämmelserna om tvätt- och rengöringsmedel skall uppnås. Särskild märkning införs för att informera konsumenterna om vilka doftämnen och konserveringsmedel som finns i tvätt- och rengöringsmedlen. Medicinsk personal bör av tillverkaren på begäran kunna få en fullständig förteckning över ett tvätt- eller rengöringsmedels alla beståndsdelar för att ha till hjälp när de utreder om det finns ett orsakssamband mellan utvecklingen av en allergisk reaktion och exponering för ett visst kemiskt ämne, och medlemsstaterna bör kunna kräva att en sådan förteckning även finns tillgänglig för ett specifikt offentligt organ utsett för att tillhandahålla denna information för medicinsk personal.
- (26) Med hänsyn till vad som anförts ovan krävs ny lagstiftning som ersätter gällande lagstiftning. Medlemsstaterna kan dock fortsätta att tillämpa sin gällande lagstiftning under en viss tid.
- (27) De tekniska bilagorna till denna förordning bör anpassas enligt det förfarande som avses i artikel 12.2.
- (28) Tvätt- och rengöringsmedel som uppfyller kraven i denna förordning bör få släppas ut på marknaden utan att detta påverkar andra tillämpliga gemenskapsbestämmelser.
- (29) Det krävs en skyddsklausul för att garantera skyddet för människor och miljö mot oförutsedda risker med tvätt- och rengöringsmedel.
- (30) De föreskrivna testerna för bestämning av biologisk nedbrytbarhet hos tensider bör utföras i laboratorier som uppfyller en internationellt erkänd standard, nämligen EN/ISO/IEC/17025 eller principerna för god laboratoriesed. Det är inte motiverat att begära att detta senare krav skall gälla för befintliga tensider om de tester som fanns att tillgå för dessa utförts innan ovannämnda standard trädde i kraft och fortfarande ger en jämförbar nivå av vetenskaplig kvalitet.

⁽¹⁾ EGT L 262, 27.9.1976, s. 201. Direktivet senast ändrat genom kommissionens direktiv 2004/21/EG (EUT L 57, 25.2.2004, s. 4).

⁽²⁾ EGT L 196, 16.8.1967, s. 1. Direktivet senast ändrat genom förordning (EG) nr 807/2003.

⁽³⁾ EGT L 227, 8.9.1993, s. 9.

⁽⁴⁾ EGT L 161, 29.6.1994, s. 3.

⁽⁵⁾ EGT L 123, 24.4.1998, s. 1. Direktivet ändrat genom förordning (EG) nr 1882/2003.

⁽⁶⁾ EUT L 50, 20.2.2004, s. 44.

⁽⁷⁾ EUT L 50, 20.2.2004, s. 28.

⁽⁸⁾ EGT L 358, 18.12.1986, s. 1. Direktivet ändrat genom Europaparlamentets och rådets direktiv 2003/65/EG (EUT L 230, 16.9.2003, s. 32).

- (31) De frågor som gäller biologisk nedbrytbarhet i anaerob miljö, den biologiska nedbrytbarheten av de viktigaste icke-ytaktiva organiska beståndsdelarna i tvätt- och rengöringsmedel samt fosfatinnehåll vilka inte tas upp i denna förordning bör granskas av kommissionen, och om det är motiverat bör ett förslag läggas fram för Europaparlamentet och rådet. I väntan på ytterligare harmonisering kan medlemsstaterna behålla eller införa nationella bestämmelser för dessa frågor.
- (32) De fem direktiv och den kommissionsrekommendation som nämns i skäl 1 ersätts med denna förordning och bör upphävas.

- *mjukmedel*: avsedda att förändra textiliers beröringskarakteristik i processer som kompletterar textiltvätt.
- *rengöringspreparat*: avsedda för allrengöring i hemmet och/eller annan rengöring av ytor (t.ex. material, produkter, maskiner, mekaniska anordningar, transportmedel och tillhörande utrustning, instrument, apparater osv.).
- andra tvätt- och rengöringsmedel: avsedda för alla andra tvätt- och rengöringsprocesser.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Mål och räckvidd

1. I denna förordning fastställs regler för att åstadkomma fri rörlighet för tvätt- och rengöringsmedel och tensider i tvätt- och rengöringsmedel på den inre marknaden, samtidigt som en hög skyddsnivå garanteras för miljön och för människors hälsa.
2. För detta ändamål harmoniseras i denna förordning följande regler för utsläppande på marknaden av tvätt- och rengöringsmedel och tensider för tvätt- och rengöringsmedel:
 - Biologisk nedbrytbarhet hos tensider i tvätt- och rengöringsmedel.
 - Restriktioner för eller förbud mot tensider på grund av biologisk nedbrytbarhet.
 - Tilläggsmärkning av tvätt- och rengöringsmedel, inklusive doftämnesallergener.
 - Den information som tillverkarna skall ge medlemsstaternas behöriga myndigheter och medicinsk personal tillgång till.

Artikel 2

Definitioner

I denna förordning används följande beteckningar med de betydelser som här anges:

1. *tvätt- och rengöringsmedel*: ämnen eller preparat som innehåller tvål och/eller andra tensider och som är avsedda för tvätt- och rengöringsprocesser. Tvätt- och rengöringsmedel kan förekomma i olika former (flytande, pulver, pasta, stänger, kakor, formade stycken, figurer osv.) och försäljas till eller användas i hushåll, vid institutioner eller inom industrin.

Andra produkter som skall betraktas som tvätt- och rengöringsmedel är följande:

- *tvätthjälpmiddel*: avsedda för blötläggning (förtvätt), sköljning eller blekning av kläder, hushållslinne osv.

2. *tvätt*: rengöring av tvättkläder, textilier, disk och andra hårda ytor.

3. *rengöring*: den innebörd som definieras i EN ISO 862.

4. *ämne*: kemiska grundämnen och deras föreningar i naturlig form eller framställda genom en tillverkningsprocess, inklusive eventuella tillsatser som är nödvändiga för att bevara produkternas stabilitet samt eventuella orenheter som följer av den använda processen, men undantaget lösningsmedel som kan separeras utan att det påverkar ämnets stabilitet eller ändrar dess sammansättning.

5. *preparat*: blandning eller lösning som består av två eller flera ämnen.

6. *tensid*: organiskt ämne och/eller preparat som används i tvätt- och rengöringsmedel och som har ytaktiva egenskaper och som består av en eller flera hydrofila grupper och en eller flera hydrofoba grupper av sådan typ och storlek att det kan minska vattnets ytspänning och bilda monomolekylära spridnings- eller adsorptionsskikt vid gränssnittet mellan vatten och luft, och bilda emulsioner och/eller mikroemulsioner och/eller miceller och adsorption vid gränssnittet mellan vatten och fast materia.

7. *primär biologisk nedbrytbarhet*: förändringar (omvandling) av molekylstrukturen hos en tensid med hjälp av mikroorganismer så att den mister sina ytaktiva egenskaper, vilket sker genom att det ursprungliga ämnet bryts ned varigenom den ytaktiva egenskapen går förlorad, mätt med testmetoder som förtecknas i bilaga II.

8. *fullständig biologisk nedbrytbarhet i aerob miljö*: den nivå av biologisk nedbrytning som erhålls när tensiden fullständigt förbrukas av mikroorganismer i närvaro av syre, vilket innebär att det brutits ned till koldioxid, vatten och mineralsalter av andra ingående beståndsdelar (mineralisering), mätt med testmetoder som förtecknas i bilaga III, samt nya cellbeståndsdelar av mikroorganismer (biomassa).

9. *utsläppande på marknaden*: införande på gemenskapsmarknaden och därigenom tillhandahållande till tredje part, mot betalning eller kostnadsfritt. Införsel till gemenskapens tullområde skall anses utgöra utsläppande på marknaden.

10. *tillverkare*: fysisk eller juridisk person som släpper ut ett tvätt- eller rengöringsmedel eller en tensid för tvätt- och rengöringsmedel på marknaden. I synnerhet en producent, en importör, en förpackare som är egen företagare eller personer som ändrar egenskaperna hos ett tvätt- eller rengöringsmedel eller en tensid för ett tvätt- eller rengöringsmedel eller skapar eller ändrar märkningen av dessa, skall anses vara en tillverkare. En distributör som inte ändrar egenskaperna, märkningen eller förpackningen av ett tvätt- eller rengöringsmedel eller en tensid för ett tvätt- eller rengöringsmedel skall inte anses vara en tillverkare, utom när han agerar som importör.
11. *medicinsk personal*: en registrerad praktiserande läkare eller en person som arbetar under ledning av en registrerad praktiserande läkare vars uppgift är att ge vård, ställa diagnoser eller ge behandling, och som har tystnadsplikt.
12. *tvätt- och rengöringsmedel för användning inom industrin och vid institutioner*: ett tvätt- eller rengöringsmedel som inte är avsett för hushållsbruk och som används av specialistpersonal som använder specialprodukter.

Artikel 3

Utsläppande på marknaden

1. När de tvätt- och rengöringsmedel och tensider för tvätt- och rengöringsmedel som avses i artikel 1 släpps ut på marknaden, skall de överensstamma med de villkor, egenskaper och begränsningar som fastställs i denna förordning och dess bilagor och i förekommande fall med direktiv 98/8/EG samt med all annan tillämplig gemenskapslagstiftning. Tensider som även är verksamma ämnen enligt direktiv 98/8/EG och som används som desinfektionsmedel skall undantas från bestämmelserna i bilagorna II, III, IV och VIII till denna förordning, under förutsättning att

- de finns förtecknade i bilaga I eller IA till direktiv 98/8/EG, eller
- de ingår i biocidprodukter som är tillåtna enligt artikel 15.1 eller 15.2 i direktiv 98/8/EG, eller
- de ingår i biocidprodukter som är tillåtna enligt de övergångsbestämmelser eller omfattas av det tioåriga arbetsprogram som föreskrivs i artikel 16 i direktiv 98/8/EG.

I stället skall sådana tensider anses vara desinfektionsmedel och de tvätt- och rengöringsmedel i vilka de ingår omfattas av märkningsbestämmelserna för desinfektionsmedel i bilaga VII A.

2. Tillverkare av tvätt- och rengöringsmedel och/eller tensider för tvätt- och rengöringsmedel skall vara etablerade inom gemenskapen.

3. Tillverkarna skall ansvara för att tvätt- och rengöringsmedel och/eller tensider för tvätt- och rengöringsmedel överensstämmer med bestämmelserna i denna förordning och dess bilagor.

Artikel 4

Begränsningar baserade på tensidernas biologiska nedbrytbarhet

1. Enligt denna förordning får tensider och tvätt- och rengöringsmedel som innehåller tensider som uppfyller kraven på fullständig biologisk nedbrytbarhet i aerob miljö enligt bilaga III släppas ut på marknaden utan ytterligare begränsningar som rör den biologiska nedbrytbarheten.

2. Om ett tvätt- eller rengöringsmedel innehåller tensider för vilka graden av fullständig biologisk nedbrytbarhet i aerob miljö är lägre än vad som föreskrivs i bilaga III, får tillverkarna av tvätt- och rengöringsmedel för användning vid institutioner eller inom industrin som innehåller tensider och/eller av tensider för tvätt- och rengöringsmedel för användning vid institutioner eller inom industrin ansöka om undantag. Ansökan om undantag skall göras och beslut om ansökan skall fattas i enlighet med artiklarna 5, 6 och 9.

3. Graden av primär biologisk nedbrytbarhet skall mätas hos alla tensider i tvätt- eller rengöringsmedel som genomgått men inte uppfyllt kraven i testerna för bestämning av fullständig biologisk nedbrytbarhet i aerob miljö. Undantag får inte medges för tensider i tvätt- och rengöringsmedel för vilka graden av primär biologisk nedbrytbarhet är lägre än vad som föreskrivs i bilaga II.

Artikel 5

Beviljande av undantag

1. Tillverkarens ansökan om undantag skall lämnas in till den behöriga myndighet i den berörda medlemsstaten som avses i artikel 8.1 och till kommissionen, tillsammans med dokumentation avseende de kriterier som anges i artikel 6.1. Medlemsstaterna kan koppla ansökan om undantag till betalning av en avgift till medlemsstatens behöriga myndighet. Sådana avgifter skall, i den mån de förekommer, tas ut på ett icke-diskriminerande sätt och får inte överstiga kostnaden för behandling av ansökan.

2. Ansökan skall innehålla teknisk dokumentation med alla uppgifter och styrkande underlag som krävs för att bedöma säkerhetsaspekterna när det gäller den specifika användningen av tensider i tvätt- och rengöringsmedel som inte uppfyller de krav på biologisk nedbrytbarhet som fastställs i bilaga III.

Den tekniska dokumentationen skall utöver resultaten av de tester som föreskrivs i bilaga III även innehålla information och resultat av tester, enligt bilagorna II och IV.

De tester som föreskrivs i bilaga IV.4 skall utföras på grundval av en riskbedömning i flera steg. Denna riskbedömning skall fastställas i ett dokument med tekniska riktlinjer, som skall antas i enlighet med förfarandet i artikel 12.2 senast den 8 april 2007. I riktlinjedokumentet skall det även i förekommande fall anges för vilka tester principerna om god laboratorised bör tillämpas.

3. Medlemsstatens behöriga myndighet skall när den tar emot en ansökan om undantag enligt punkterna 1 och 2 pröva ansökan, bedöma om den uppfyller villkoren för undantag och omgående underrätta kommissionen om resultatet inom sex månader efter det att en fullständig ansökan har inkommit.

Om medlemsstatens behöriga myndighet anser att det är nödvändigt för bedömningen av den risk som ett ämne och/eller ett preparat kan innebära, skall den inom tre månader efter det att ansökan har inkommit begära ytterligare information, verifierings- och/eller kontrollprov angående dessa ämnen och/eller preparat eller deras omvandlingsprodukter som anmälts till den eller som den har fått information om enligt denna förordning. Tidsfristen för den bedömning av ärendet som skall utföras av medlemsstatens behöriga myndighet skall inte börja förrän ärendet kompletterats med ytterligare information. Om den begärda informationen inte inkommit inom tolv månader skall ansökan betraktas som ofullständig och således ogiltig. I så fall skall artikel 6.2 inte tillämpas.

Om ytterligare information om metaboliter begärs, bör teststrategier i etapper tillämpas för att garantera maximal användning av in-vitro-testmetoder och andra testmetoder som inte involverar djur.

4. På grundval av särskilt den bedömning som medlemsstaterna gjort får kommissionen medge undantag i enlighet med förfarandet i artikel 12.2. Vid behov skall kommissionen innan den medger undantag göra en ytterligare bedömning av de frågor som anges i punkt 3 i denna artikel. Den skall fatta sitt beslut inom tolv månader efter det att medlemsstatens bedömning inkommit, utom när det gäller artikel 5.4 och 5.6 i beslut 1999/468/EG, då tiden skall vara 18 månader.

5. Sådana undantag får innebära att utsläppande på marknaden och användning av tensider som beståndsdelar i tvätt- och rengöringsmedel tillåts eller begränsas eller att stränga restriktioner införs, beroende på resultatet av den kompletterande riskbedömningen enligt bilaga IV. De får omfatta en avvecklingsperiod för utsläppande på marknaden och användning av tensider som beståndsdelar i tvätt- och rengöringsmedel. Kommissionen får ompröva ett undantag så snart det framkommer uppgifter som skulle kunna motivera en betydande översyn av den tekniska dokumentation som ingick i ansökan om undantag. För detta ändamål skall tillverkaren på begäran överlämna den tekniska dokumentationen till kommissionen efter att denna har uppdaterats avseende de punkter som anges i bilaga IV punkt 2. På grundval av den uppdaterade informationen får kommissionen besluta om att förlänga, ändra eller avsluta undantaget. Punkterna 1–4 och punkt 6 i den här artikeln samt artikel 6 skall gälla i tillämpliga delar.

6. Kommissionen skall offentliggöra förteckningen över tensider som omfattas av undantag, med uppgift om villkor eller begränsningar för användningen enligt bilaga V.

Artikel 6

Villkor för beviljande av undantag

1. Kommissionen får bevilja ett undantag i enlighet med förfarandet i artikel 12.2 och på grundval av följande kriterier:

- Användning i mindre spridda tillämpningar och inte i vida spridda tillämpningar.
- Användning endast i specifika industriella och/eller institutionella tillämpningar.
- Den miljö- eller hälsorisk som försäljningsvolymen och användningsmönstret i hela gemenskapen utgör är liten i jämförelse med den samhällsekonomiska nyttan, däribland normer för livsmedelssäkerhet och hygien.

2. Så länge kommissionen inte har fattat beslut om en ansökan om undantag får tensiden i fråga fortsätta att släppas ut på marknaden och användas, om tillverkaren kan visa att den redan användes på gemenskapens marknad den dag då denna förordning trädde i kraft och att ansökan om undantag gjordes inom två år från den dagen.

3. Om kommissionen inte medger undantag skall den fatta sitt beslut inom tolv månader efter det att medlemsstatens bedömning enligt artikel 5.3 inkommit, utom när det gäller artikel 5.4 och 5.6 i beslut 1999/468/EG, då tiden skall vara 18 månader. Den får fastställa en övergångsperiod under vilken utsläppandet på marknaden och användningen av tensiden skall avvecklas. Denna övergångsperiod får inte vara längre än två år räknat från dagen för kommissionens beslut.

4. Kommissionen skall i bilaga VI offentliggöra förteckningen över tensider som har visat sig inte uppfylla kraven i denna förordning.

Artikel 7

Testning av tensider

Alla tester som avses i artiklarna 3 och 4 och i bilagorna II, III, IV och VIII skall utföras i enlighet med de standarder som anges i bilaga I.1 och i enlighet med de krav på tester som anges i artikel 10.5 i förordning (EEG) nr 793/93. I detta syfte är det tillräckligt att tillämpa antingen EN ISO/IEC-standard eller principerna för god laboratorised, utom vid de tester där principerna för god laboratorised har gjorts bindande. När tensider används i tvätt- eller rengöringsmedel som släpptes ut på marknaden innan ovannämnda standard trädde i kraft, får det i det enskilda fallet godtas att tester används som utförts med tillämpning av bästa tillgängliga vetenskapliga kunskaper och enligt en standard som är jämförbar med de standarder som anges i bilaga I. Tillverkaren eller medlemsstaten får hänskjuta ärenden som det råder osäkerhet eller oenighet om till kommissionen. Ett beslut skall då fattas i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

Artikel 8

Medlemsstaternas skyldigheter

1. Medlemsstaterna skall utse den eller de behöriga myndigheter som skall ansvara för att vidarebefordra och utbyta information om förvaltningen av denna förordning och skall meddela kommissionen dessa myndigheters fullständiga namn och adress.

2. Varje medlemsstat skall, med uppgift om fullständigt namn och adress, till övriga medlemsstater och kommissionen översända förteckningen över laboratorier som är behöriga och som godkänts för att utföra de tester som krävs i denna förordning. Medlemsstaterna skall visa att dessa laboratorier är behöriga enligt standard EN ISO/IEC 17025, som anges i bilaga I.1. Detta krav skall anses vara uppfyllt, om medlemsstaten har kontrollerat laboratoriernas överensstämmelse med principerna för god laboratoriesed enligt artikel 2 i direktiv 2004/9/EG.

3. Om en medlemsstats behöriga myndighet har skäl att anta att ett godkänt laboratorium inte har den behörighet som avses i punkt 2, skall den ta upp frågan i den kommitté som avses i artikel 12. Om kommissionen fattar beslut om att laboratoriet inte har den nödvändiga behörigheten, skall namnet på det godkända laboratoriet strykas från den förteckning som avses i punkt 4. Artikel 15.2 skall gälla, utom för laboratorier som hävdar överensstämmelse med god laboratoriesed, då bestämmelserna om bristande överensstämmelse i artiklarna 5 och 6 i direktiv 2004/9/EG skall gälla.

4. Kommissionen skall en gång om året i *Europeiska unionens officiella tidning* offentliggöra en förteckning över de behöriga myndigheterna enligt punkt 1 och de godkända laboratorierna enligt punkt 2, om några ändringar har inträffat.

Artikel 9

Information som skall tillhandahållas av tillverkarna

1. Utan att det påverkar tillämpningen av artikel 17 i direktiv 1999/45/EG, skall tillverkare som på marknaden släpper ut ämnen och/eller preparat som omfattas av denna förordning ge medlemsstaternas behöriga myndigheter tillgång till följande:

— Information om ett eller flera resultat av de tester som anges i bilaga III.

— När det gäller de tensider som inte uppfyller kraven i de tester som anges i bilaga III och för vilka en sådan ansökan om undantag gjorts som avses i artikel 5:

i) Teknisk dokumentation om resultat av de tester som anges i bilaga II.

ii) Teknisk dokumentation om testresultat och information som anges i bilaga IV.

2. Då ämnen och/eller preparat som omfattas av denna förordning släpps ut på marknaden skall tillverkarna ansvara för att de relevanta tester som anges ovan har utförts korrekt. De skall även ha tillgänglig dokumentation om de tester som har utförts för att visa att kraven enligt denna förordning uppfylls och att de får utnyttja äganderätten till testresultaten, utom för sådana testresultat som inte längre skyddas av upphovsrätt.

3. Tillverkare som på marknaden släpper ut preparat som omfattas av denna förordning skall på begäran omgående och kostnadsfritt förse medicinsk personal med ett faktablad över beståndsdelar i enlighet med bilaga VII C.

Detta påverkar inte en medlemsstats rätt att begära att ett särskilt offentligt organ, som medlemsstaten har tilldelat uppgiften att lämna denna information till medicinsk personal, ges tillgång till ett sådant faktablad.

Den information som finns på faktabladet skall behandlas konfidentiellt av det särskilda offentliga organet och den medicinska personalen och får endast användas för medicinska syften.

Artikel 10

Kontrollåtgärder

1. Medlemsstaternas behöriga myndigheter får vid behov vidta alla nödvändiga kontrollåtgärder när det gäller tvätt- och rengöringsmedel som släppts ut på marknaden för att försäkra sig om att produkten uppfyller bestämmelserna i denna förordning. Referensmetoden skall vara de test- och analysmetoder som avses i bilaga VIII. Dessa kontroller får inte innebära att tillverkaren åläggs att upprepa tester som redan utförts av laboratorier som uppfyller villkoren enligt artikel 8.2 eller att betala för förnyade eller ytterligare tester, om det första testet har visat att tvätt- eller rengöringsmedlen eller de tensider som används som beståndsdelar i tvätt- och rengöringsmedel överensstämmer med bestämmelserna i denna förordning.

2. Om det befaras att ett test som utförts i enlighet med de metoder som anges i bilaga II, III, IV eller VIII lett till falska positiva resultat, skall medlemsstaternas behöriga myndigheter underrätta kommissionen, och kommissionen skall i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2 kontrollera dessa resultat och vidta nödvändiga åtgärder.

Artikel 11

Märkning

1. Bestämmelserna i denna artikel påverkar inte bestämmelserna om klassificering, förpackning och märkning av farliga ämnen och preparat i direktiven 67/548/EEG och 1999/45/EG.

2. Följande uppgifter skall anges läsligt, väl synligt och outplånligt på den förpackning som tvätt- och rengöringsmedlen säljs i till konsumenterna:

- a) Produktens namn och firmanamn.
- b) Det namn eller firmanamn eller varumärke och fullständig adress och telefonnummer som tillhör den som ansvarar för att produkten släpps ut på marknaden.
- c) Den adress, den eventuella e-postadress och det telefonnummer från vilken det faktablad som avses i artikel 9.3 kan erhållas.

Samma uppgifter skall framgå av de handlingar som medföljer tvätt- och rengöringsmedel som transporteras oförpackade.

3. På tvätt- och rengöringsmedelsförpackningar skall innehållet anges i enlighet med specifikationerna i bilaga VII A. Även bruksanvisning och särskilda försiktighetsåtgärder skall anges om så erfordras.

4. På förpackningar till tvätt- och rengöringsmedel som säljs till allmänheten och som är avsedda att användas för tvätt av textilier skall dessutom de uppgifter som avses i bilaga VII B anges.

5. Om en medlemsstat har nationella krav om att märkningen skall vara avfattad på landets nationella språk, skall tillverkaren och distributören uppfylla dessa krav när det gäller de uppgifter som avses i punkterna 3 och 4.

6. Punkterna 1–5 påverkar inte befintliga nationella bestämmelser om att bilder av frukter, som kan vilseleda användaren när det gäller användningen av flytande produkter, inte får förekomma på den förpackning i vilken tvätt- eller rengöringsmedlen säljs till konsumenterna.

Artikel 12

Kommittéförfarande

1. Kommissionen skall biträdas av en kommitté.
2. När det hänvisas till denna punkt skall artiklarna 5 och 7 i beslut 1999/468/EG tillämpas, med beaktande av bestämmelserna i artikel 8 i det beslutet.

Den tid som avses i artikel 5.6 i beslut 1999/468/EG skall vara tre månader.

3. Kommittén skall själv anta sin arbetsordning.

Artikel 13

Anpassning av bilagorna

1. De ändringar som krävs för att anpassa bilagorna skall antas i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2, om möjligt med tillämpning av europeiska standarder.

2. Särskilt skall ändringar eller tillägg som krävs för tillämpning av reglerna i denna förordning på lösningsmedelsbaserade tvätt- och rengöringsmedel antas i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

Artikel 14

Bestämmelse om fri rörlighet

Medlemsstaterna får inte förbjuda, begränsa eller hindra utsläppande på marknaden av tvätt- och rengöringsmedel och/eller tensider för tvätt- och rengöringsmedel som uppfyller kraven i denna förordning, av skäl som behandlas i denna förordning.

I väntan på ytterligare harmonisering får medlemsstaterna behålla eller införa nationella bestämmelser för användning av fosfater i tvätt- och rengöringsmedel.

Artikel 15

Skyddsklausul

1. Om en medlemsstat har välgrundade skäl att anta att ett visst tvätt- eller rengöringsmedel, trots att det uppfyller kraven i denna förordning, utgör en risk för människors eller djurs säkerhet eller hälsa eller en risk för miljön, får den tillfälligt förbjuda att det tvätt- eller rengöringsmedlet släpps ut på marknaden inom sitt territorium eller fastställa tillfälliga särskilda villkor för detta.

Denna medlemsstat skall omedelbart underrätta övriga medlemsstater och kommissionen om detta och ange skälen för sitt beslut.

2. Efter samråd med medlemsstaterna eller vid behov med kommissionens relevanta tekniska eller vetenskapliga kommitté skall ett beslut fattas i ärendet inom nittio dagar i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

Artikel 16

Översyn

1. Senast den 8 april 2007 skall kommissionen ha gjort en bedömning, överlämnat en rapport samt, i motiverade fall, ha lagt fram ett lagstiftningsförslag om användning av fosfater, vars syfte är en successiv avveckling eller begränsning till vissa tillämpningar.

2. Senast den 8 april 2009 skall kommissionen ha gjort en översyn av tillämpningen av denna förordning, varvid den biologiska nedbrytbarheten av tensider skall uppmärksammas särskilt, samt ha gjort en bedömning, lagt fram en rapport, och i motiverade fall, ha lagt fram lagstiftningsförslag om följande:

- Biologisk nedbrytbarhet i anaerob miljö.
- Den biologiska nedbrytbarheten av de viktigaste icke-yttaktiva organiska beståndsdelarna i tvätt- och rengöringsmedel.

Artikel 17

Lagstiftning som skall upphöra att gälla

1. Följande direktiv skall upphöra att gälla med verkan från och med den 8 oktober 2005:

- Direktiv 73/404/EEG.
- Direktiv 73/405/EEG.
- Direktiv 82/242/EEG.
- Direktiv 82/243/EEG.
- Direktiv 86/94/EEG.

2. Rekommendation 89/542/EEG skall upphöra att gälla med verkan från och med den 8 oktober 2005.

3. Hänvisningar till de upphävda direktiven skall anses som hänvisningar till den här förordningen.

4. Samma dag som denna förordning träder i kraft skall medlemsstaterna upphäva de bestämmelser i lagar och andra författningar som antagits i enlighet med de direktiv som anges i punkt 1 eller rekommendationen i punkt 2.

Artikel 18

Påföljder

1. Senast den 8 oktober 2005 skall medlemsstaterna fastställa

- lämpliga rättsliga och administrativa åtgärder för hantering av eventuella överträdelse av denna förordning, och
- avskräckande, effektiva och proportionella påföljder vid sådana överträdelse.

Detta skall innefatta sådana åtgärder som ger dem möjlighet att stoppa sådana partier av tvätt- eller rengöringsmedel som inte överensstämmer med bestämmelserna i denna förordning.

2. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

Artikel 19

Ikraftträdande

Denna förordning träder i kraft 8 oktober 2005.

Denna förordning är till alla delar bindande och direkt tillämplig i alla medlemsstater.

Utfärdad i Strasbourg den 31 mars 2004.

På Europaparlamentets vägnar

P. COX

Ordförande

På rådets vägnar

D. ROCHE

Ordförande

BILAGA I

Standarder för ackreditering, god laboratorised och djurskydd med avseende på de behöriga laboratorier som godkänts för att tillhandahålla de tjänster som krävs för att kontrollera att tvätt- och rengöringsmedel i gemenskapen uppfyller kraven i denna förordning och dess bilagor1. *Följande standarder gäller med avseende på laboratorierna:*

EN ISO/IEC 17025, Allmänna kompetenskrav för provnings- och kalibreringslaboratorier.

Direktiv 2004/10/EG.

Rådets direktiv 86/609/EEG.

2. *Följande standard gäller med avseende på ackrediteringsorganen och de myndigheter som övervakar god laboratorised:*

EN 45003, Ackrediteringssystem för kalibrerings- och provningslaboratorier – Allmänna krav på verksamhet och för godkännande.

Direktiv 2004/9/EG.

BILAGA II

TESTMETODER FÖR BESTÄMNING AV PRIMÄR BIOLOGISK NEDBRYTBARHET HOS TENSIDER I TVÄTT- OCH RENGÖRINGSMEDEL

Den primära biologiska nedbrytbarheten mäts genom bestämning av den återstående graden av de ursprungliga tensiderna i försöksvätskorna. Denna bilaga inleds med en förteckning över de testmetoder som är gemensamma för alla klasser av tensider, och därefter anges i punkt A till D de analysmetoder som är specifika för varje klass av tensider.

Graden av primär biologisk nedbrytbarhet skall vara minst 80 % mätt med de testmetoder som anges nedan.

Referensmetoden för laboratorietesterna av tensider enligt denna förordning är baserad på kontrollprovet i OECD-metoden och beskrivs i bilaga VIII.1. Ändringar i kontrollprovet är tillåtna, förutsatt att de överensstämmer med EN ISO 11733.

Testmetoder

1. OECD-metoden, offentliggjord i OECD:s tekniska rapport av den 11 juni 1976 med titeln "Proposed Method for the Determination of the Biodegradability of Surfactants used in Synthetic Detergents".
2. Den metod som används i Frankrike och som godkänts genom kungörelse av den 24 december 1987, offentliggjord i Journal Officiel de la République française av den 30 december 1987, s. 15385, och genom standarden NF 73-260 från juni 1981, utgiven av Association française de normalisation (AFNOR).
3. Den metod som används i Tyskland, fastställd genom "Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln" av den 30 januari 1977, offentliggjord i Bundesgesetzblatt 1977, del I, s. 244, och som beskrivs i förordningen om ändring av nämnda förordning av den 4 juni 1986, offentliggjord i Bundesgesetzblatt 1986, del I, s. 851.
4. Den metod som används i Förenade kungariket och som går under benämningen "Porous Pot Test", enligt beskrivningen i Technical Report nr 70/1978, utgiven av Water Research Centre.
5. Kontrollprovet i OECD-metoden som beskrivs i bilaga VIII.1 (med eventuella ändringar av betingelserna enligt EN ISO 11733). Detta är också den referensmetod som tillämpas för tvistlösning.

A. ANALYSMETODER FÖR ANJONTENSIDER

Anjontensider skall i testerna analyseras med MBAS-metoden (Methylene Blue Active Substance) i överensstämmelse med kriterierna i bilaga VIII.2. När det gäller de anjontensider som inte reagerar i ovannämnda MBAS-metod, eller om det av effektivitets- eller precisionsskäl verkar vara mer adekvat, skall lämpliga specifika instrumentella analyser såsom högtrycksvätskekromatografi (HPLC) eller gaskromatografi (GC) tillämpas. Tillverkaren skall på begäran lämna prover av tensiden i ren form till medlemsstaternas behöriga myndigheter.

B. ANALYSMETODER FÖR NONJONTENSIDER

Nonjontensider skall i testerna analyseras med vismutmetoden (BiAS) i överensstämmelse med den analysförfarande som beskrivs i bilaga VIII.3.

När det gäller de nonjontensider som inte reagerar i ovannämnda BiAS-metod, eller om det av effektivitets- eller precisionsskäl verkar vara mer adekvat, skall lämpliga specifika instrumentella analyser såsom HPLC eller GC tillämpas. Tillverkaren skall på begäran lämna prover av tensiden i ren form till medlemsstaternas behöriga myndigheter.

C. ANALYSMETODER FÖR KATJONTENSIDER

Katjontensider skall i testerna analyseras med DBAS-metoden (Disulfine Blue Active Substance) i överensstämmelse med följande DBAS-förfaranden:

Den metod som används i Tyskland (1989) DIN 38 409 — Ausgabe: 1989-07.

När det gäller de katjontensider som inte reagerar i ovannämnda testmetod, eller om det av effektivitets- eller precisionsskäl verkar vara mer adekvat (detta måste motiveras), skall lämpliga specifika instrumentella analyser såsom HPLC eller GC tillämpas. Tillverkaren skall på begäran lämna prover av tensiden i ren form till medlemsstaternas behöriga myndigheter.

D. ANALYSMETODER FÖR AMFOTÄRA TENSIDER

Amfotära tensider skall i testerna analyseras med de förfaranden som anges nedan:

1. Om katjontensider inte ingår:

Den metod som används i Tyskland, (1989) DIN 38 409-Teil 20.

2. I övriga fall:

Orange II-metoden (Boiteux, 1984).

När det gäller de amfotära tensider som inte reagerar i ovannämnda test, eller om det av effektivitets- eller precisionsskäl verkar vara mer adekvat (detta måste motiveras), skall lämpliga specifika instrumentella analyser såsom HPLC eller GC tillämpas. Tillverkaren skall på begäran lämna prover av tensiden i ren form till medlemsstaternas behöriga myndigheter.

BILAGA III

TESTMETODER FÖR BESTÄMNING AV FULLSTÄNDIG BIOLOGISK NEDBRYTBARHET (MINERALISERING) HOS TENSIDER I TVÄTT- OCH RENGÖRINGSMEDEL

A. Referensmetoden för laboratorietest av tensiders fullständiga biologiska nedbrytbarhet i denna förordning är baserad på standarden EN ISO 14593: 1999 (CO₂ headspace-test).

Tensider i tvätt- och rengöringsmedel skall anses biologiskt nedbrytbara om graden av biologisk nedbrytbarhet (mineralisering) mätt med ett av de fem följande testerna ⁽¹⁾ är minst 60 % inom tjugoåtta dagar.

1. Standarden EN ISO 14593: 1999. Water quality. — Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium. — Method by analysis of inorganic carbon in sealed vessels (CO₂ headspace test). Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas. (Referensmetod.)
2. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.C [Koldioxid (CO₂) utvärdering — Modifierat Sturmtest]: Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas.
3. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.E (Closed Bottle Test): Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas.
4. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.D (Manometrisk respiration): Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas.
5. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.F (MITI: Ministry of International Trade and Industry — Japan): Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas.

B. Beroende på tensidens fysikaliska egenskaper får en av de metoder som anges nedan tillämpas om detta motiveras på lämpligt sätt ⁽²⁾. Det krav på minst 70 % som tillämpas för dessa metoder skall anses likvärdigt med kravet på minst 60 % i de metoder som anges i punkt A. Beslut om vilken av nedanstående metoder som är adekvat skall fattas i varje enskilt fall i enlighet med artikel 5 i denna förordning.

1. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.A (Eliminering av upplöst organiskt kol DOC): Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas. Den biologiska nedbrytbarhet som uppmäts i testet skall vara minst 70 % inom tjugoåtta dagar.
2. Metod enligt direktiv 67/548/EEG bilaga V C.4.B (Modifierat OECD-screeningtest — eliminering av DOC): Förbehandling skall inte tillämpas. Principen om en tiodagarsgräns skall inte heller tillämpas. Den biologiska nedbrytbarhet som uppmäts i testet skall vara minst 70 % inom tjugoåtta dagar.

Anm: — Information om alla ovannämnda metoder från rådets direktiv 67/548/EEG finns också i "Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union. Part 2: Testing Methods", Europeiska kommissionen 1997. ISBN 92-828-0076-8.

⁽¹⁾ Dessa fem tester har fastställts som de mest ändamålsenliga för tensider.

⁽²⁾ DOC-metoderna skulle kunna ge resultat om minskningen, men inte om den fullständiga biologiska nedbrytningen. Manometrisk respiration och MITI skulle i vissa fall inte vara ändamålsenliga, eftersom den inledningsvis höga testkoncentrationen skulle kunna inverka hämmande.

BILAGA IV

KOMPLETTERANDE RISKBEDÖMNING AV TENSIDER I TVÄTT- OCH RENGÖRINGSMEDEL

När det gäller de tensider för vilka det föreligger en miljöriskbedömning inom ramen för direktiv 93/67/EEG eller förordning (EEG) nr 793/93 och förordning (EG) nr 1488/94 och dokument med tekniska riktlinjer, skall denna riskbedömning beaktas tillsammans med den kompletterande riskbedömning som görs i enlighet med den här förordningen.

Om det är sannolikt att svårnedbrytbara metaboliter bildas skall den kompletterande riskbedömning som görs i enlighet med den här förordningen beaktas när bedömningar görs på grundval av direktiv 93/67/EEG eller förordning (EEG) nr 793/93. Det skall göras en bedömning i varje enskilt fall, framför allt på grundval av resultaten av de tester som avses i del 3.

Undersökningen skall avse vattenmiljön. Den kommitté som avses i artikel 12.2 kan i enskilda fall kräva ytterligare information om specifika frågor rörande riskbedömningen. Denna ytterligare information kan även avse andra miljöfrågor, till exempel angående avloppsslam och jord. En riskbedömning i flera steg skall tillämpas för den information som krävs för den tekniska dokumentation som avses i artiklarna 5 och 9. Dokumentationen skall innehålla minst den information som anges i punkterna 1, 2 och 3 nedan.

För att minska testningen och för att särskilt undvika onödigt testning på djur, skall de ytterligare undersökningar som anges i 4.2.2 begäras endast om denna information är nödvändig och proportionerlig. Vid eventuella tvister om vilken mängd ytterligare information som är nödvändig, kan ett beslut fattas i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

Såsom fastställs i artikel 13 kan riktlinjerna i denna bilaga för beslut om undantag på lämpligt sätt anpassas på grundval av de erfarenheter som gjorts.

1. *Beskrivning av tensiden (i enlighet med bestämmelserna i bilaga VII A till direktiv 67/548/EEG)*

1.1 Namn

1.1.1 Namn i IUPAC-nomenklaturen

1.1.2 Andra namn

1.1.3 CAS-nummer och CAS-namn (om tillgängligt)

1.1.4 EINECS-⁽¹⁾ eller ELINCS⁽²⁾-nummer (om tillgängligt)

1.2 Molekyl- och strukturformel

1.3 Tensidens sammansättning

2. *Information om tensiden*

2.1 Den mängd av tensiden som används i tvätt- och rengöringsmedel

2.2 Den information om användningsmönster som ges i detta avsnitt skall vara tillräckligt omfattande för att det skall kunna göras en ungefärlig men realistisk uppskattning av funktion och miljöns exponering för tensiden i samband med dess användning i tvätt- och rengöringsmedel. Den skall avse

- tillämpningens betydelse (sambällsvärde),
- användningsvillkor (utsläppsscenario),
- användningsvolym,
- tillgång till alternativ och deras lämplighet (prestanda och ekonomiska hänsynstaganden),
- bedömning av relevant miljöinformation.

3. *Information om potentiellt svårnedbrytbara metaboliter*

Information om toxicitet hos vätskor från tester skall lämnas. Om det inte finns några uppgifter om vilket restmaterial det rör sig om, får den information som avses i punkt 4.2.1 begäras, beroende på den potentiella risken, betydelsen och mängden av tensiden som används i tvätt- och rengöringsmedel. Vid tvist rörande denna information kan beslut fattas i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

⁽¹⁾ European Inventory of Existing Commercial Substances.

⁽²⁾ European List of Notified Chemical Substances.

4. Ytterligare undersökningar

4.1 Tester för bestämning av biologisk nedbrytbarhet

4.1.1 Förbehandlad inokulum

Alla de tester som beskrivs i bilaga III kan genomföras med förbehandlad inokulum för att bevisa att förbehandling är relevant för tensiden.

4.1.2 Tester för bestämning av potentiell biologisk nedbrytbarhet (inherent biodegradability)

Minst ett av de tester som avses nedan skall finnas med:

- Metod enligt direktiv 67/548/EEG, bilaga V C.12 (Modified SCAS test).
- Metod enligt direktiv 67/548/EEG, bilaga V C.9 (Zahn-Wellens).

Om kraven i testet för bestämning av potentiell biologisk nedbrytbarhet inte uppfylls torde detta tyda på en potentiell persistens, vilket generellt kan anses vara tillräckligt för ett förbud mot att släppa ut en sådan tensid på marknaden, utom i de fall när det enligt kriterierna i artikel 6 inte kan motiveras att en ansökan om undantag avslås.

4.1.3 Simulerings tester för bestämning av biologisk nedbrytbarhet med hjälp av aktiverat slam

Följande tester skall finnas med:

- Metod enligt direktiv 67/548/EEG, bilaga V C.10 (med eventuella ändringar av betingelserna enligt EN ISO 11733).

Om kraven i simulerings testet för bestämning av biologisk nedbrytbarhet med hjälp av aktiverat slam inte uppfylls, torde detta tyda på att metaboliter kan släppas ut genom avloppsrening, vilket generellt sett kan anses som belägg för att det krävs en mer uttömmande riskbedömning.

4.2 Toxicitetstestning av de vätskor som använts för bestämning av den biologiska nedbrytbarheten

Information om toxicitet hos vätskor från tester skall lämnas angående:

4.2.1 Kemisk och fysisk information av följande slag:

- Metabolitens identitet (och de analysmetoder som använts).
- Viktigaste fysiska/kemiska egenskaper (vattenlöslighet, fördelningskoefficienten oktanol-vatten (Log Po/w osv.).

4.2.2 Effekter på organismer. Testerna skall utföras enligt principerna om god laboratoriesed.

Fisk: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.1 till direktiv 67/548/EEG.

Daphnia: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.2 till direktiv 67/548/EEG.

Alger: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.3 till direktiv 67/548/EEG.

Bakterier: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.11 till direktiv 67/548/EEG.

4.2.3 Nedbrytning

Biotisk: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.5 till direktiv 67/548/EEG.

Abiotisk: Det test som rekommenderas är testet i bilaga V C.7 till direktiv 67/548/EEG. Den information som skall lämnas skall avse både metaboliternas förmåga att bioackumuleras och deras fördelning i sedimentfasen.

Om metaboliter misstänks ha endokrinstörande effekter rekommenderas att det fastställs om dessa kan ha negativa effekter, så snart validerade tester föreligger för bedömning av sådana effekter.

Anm: — Information om alla ovannämnda tester finns också i "Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union. Part 2: Testing Methods", Europeiska kommissionen 1997. ISBN 92-828-0076-8.

BILAGA V

FÖRTECKNING ÖVER TENSIDER FÖR VILKA UNDANTAG MEDGETTS

Följande tensider i tvätt- och rengöringsmedel som uppfyllt kraven i de tester som föreskrivs i bilaga II, men inte kraven i de tester som föreskrivs i bilaga III, får släppas ut på marknaden genom undantag enligt artikel 5 och i enlighet med det förfarande som avses i artikel 12.2.

Namn i IUPAC-nomenklaturen	EINECS- eller ELINCS-nummer	CAS-nummer och CAS-namn	Begränsningar

EINECS står för European Inventory of Existing Commercial Substances. Denna förteckning utgör den definitiva förteckningen över alla ämnen som fastställts förekomma på gemenskapsmarknaden den 18 september 1981.

ELINCS är förteckningen över nya ämnen enligt rådets direktiv 92/32/EEG av den 30 april 1992 om ändring för sjunde gången i rådets direktiv 67/548/EEG om tillnärmning av lagar och andra författningar om klassificering, förpackning och märkning av farliga ämnen (¹).

BILAGA VI

FÖRTECKNING ÖVER TENSIDER I TVÄTT- OCH RENGÖRINGSMEDEL SOM ÄR FÖRBJUDNA ELLER OMFATTAS AV BEGRÄNSNINGAR

Det har konstaterats att följande tensider i tvätt- och rengöringsmedel inte uppfyller kraven i denna förordning.

Namn i IUPAC-nomenklaturen	EINECS- eller ELINCS-nummer	CAS-nummer och CAS-namn	Begränsningar

EINECS står för European Inventory of Existing Commercial Substances. Denna förteckning utgör den definitiva förteckningen över alla ämnen som fastställts förekomma på gemenskapsmarknaden den 18 september 1981.

ELINCS är förteckningen över nya ämnen enligt direktiv 92/32/EEG.

(¹) EGT L 154, 5.6.1992, s. 1.

BILAGA VII

MÄRKNING OCH FAKTABLAD

A. Märkning avseende innehållet

Följande bestämmelser gäller för märkningen på förpackningar av tvätt- och rengöringsmedel som säljs till allmänheten.

Följande viktprocentsatser:

- mindre än 5 %,
- 5 % och däröver, men mindre än 15 %,
- 15 % och däröver, men mindre än 30 %,
- 30 % och mer,

skall användas för att ange halten av de beståndsdelar som anges nedan då de tillsatts i en koncentration över 0,2 viktprocent:

- fosfater,
- fosfonater,
- anjontensider,
- katjontensider,
- amfotära tensider,
- nonjontensider,
- syrebaserade blekmedel,
- klorbaserade blekmedel,
- EDTA och salter därav,
- nitrilotriättiksyra (NTA) och salter därav,
- fenoler och halogenerade fenoler,
- paradiklorbensen,
- aromatiska kolväten,
- alifatiska kolväten,
- halogenerade kolväten,
- tvål,
- zeoliter,
- polykarboxilater.

Följande kategorier av beståndsdelar skall i förekommande fall anges oavsett deras koncentration:

- enzymer,
- desinfektionsmedel,
- optiska blekmedel,
- parfym.

Om konserveringsmedel tillsatts skall dessa anges, oavsett deras koncentration, om möjligt enligt den gemensamma nomenklatur som fastställs enligt artikel 8 i rådets direktiv 76/768/EEG av den 27 juli 1976 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om kosmetiska produkter⁽¹⁾.

Om allergena doftämnen såsom sådana tillsatts i koncentrationer som överstiger 0,01 viktprocent och dessa är upptagna i förteckningen över ämnen i del 1 i bilaga III till direktiv 76/768/EEG till följd av ändringen genom Europaparlamentets och rådets direktiv 2003/15/EG⁽²⁾ för att ta med de allergena parfymämnena på den förteckning som först upprättades av Vetenskapliga kommittén för kosmetiska produkter och icke-livsmedelsprodukter (SCCNFP) i dess yttrande SCCNFP/0017/98 skall de anges enligt nomenklaturen i det direktivet, i likhet med alla andra doftämnen som senare läggs till bilaga III del 1 i direktiv 76/768/EEG som ett led i en anpassning av denna bilaga till den tekniska utvecklingen.

⁽¹⁾ EGT L 262, 27.9.1976, s. 169. Direktivet senast ändrat genom kommissionens direktiv 2003/83/EG (EUT L 238, 25.9.2003, s. 23).

⁽²⁾ EUT L 66, 11.3.2003, s. 26.

Om individuella riskbaserade koncentrationsgränser för doftämnesallergener upprättas vid en senare tidpunkt av SCCNFP, skall kommissionen föreslå att sådana gränser antas i enlighet med artikel 12.2 för att ersätta den ovannämnda gränsen på 0,01 %.

När det gäller tvätt- och rengöringsmedel som är avsedda att användas inom industrin, och inte att ställas till allmänhetens förfogande, behöver inte ovannämnda krav uppfyllas om motsvarande information tillhandahålls genom tekniska faktablad, säkerhetsfaktablad eller på annat lämpligt sätt.

B. Märkning avseende doseringsanvisningar

Som föreskrivs i artikel 11.4 gäller följande bestämmelser för märkningen på förpackningar för tvätt- och rengöringsmedel som säljs till allmänheten. Följande information skall finnas på förpackningar för tvätt- och rengöringsmedel som säljs till allmänheten:

- De rekommenderade mängderna och/eller doseringsanvisningar uttryckta i milliliter eller gram för en standardtvätt med en eller två tvättcykler uppdelat efter mjukt, medelhårt och hårt vatten.
- För fulltvättmedel antalet tvättar med normal last för "normalt smutsade" textilier, och för tvättmedel för ömtåliga textilier antalet tvättar med normal last för lätt smutsade textilier som kan tvättas med innehållet i förpackningen i medelhårt vatten motsvarande 2,5 mmol CaCO₃/l.
- Om en doseringsskopa medföljer skall det anges hur mycket den rymmer i milliliter eller gram, och märken skall finnas som anger vilken mängd tvättmedel som är lämplig för en standardtvätt för mjukt, medelhårt och hårt vatten.

Enligt definitionerna i kommissionens beslut 1999/476/EG av den 10 juni 1999 om fastställande av ekologiska kriterier för tilldelning av gemenskapens miljömärke till tvättmedel⁽¹⁾, är den normala lasten för en tvättmaskin 4,5 kg (torra textilier) för fulltvättmedel och 2,5 kg (torra textilier) för syntettvättmedel. Ett tvättmedel skall anses vara ett fulltvättmedel, såvida inte tillverkarens reklam i allt väsentligt framhäver egenskaperna för syntettvätt, dvs. tvätt vid låg temperatur, ömtåliga fibrer och färger.

C. Faktablad över beståndsdelar

Följande bestämmelser skall gälla för förteckningen över beståndsdelar på det faktablad som avses i artikel 9.3.

Tvätt- eller rengöringsmedlets namn samt tillverkarens namn skall stå på faktabladet.

Alla beståndsdelar skall förtecknas; de skall anges i fallande ordning efter vikt, och förteckningen skall vara uppdelad efter följande viktprocentintervaller:

- 10 % eller mer,
- 1 % och däröver, men mindre än 10 %,
- 0,1 % och däröver, men mindre än 1 %,
- mindre än 0,1 %.

Orenheter skall inte anses vara beståndsdelar.

För varje beståndsdel skall den kemiska beteckningen eller IUPAC⁽²⁾-beteckningen, CAS-nummer och om tillgängligt INCI-beteckning⁽³⁾ samt beteckning i den europeiska farmakopén anges.

D. Publicering av förteckning över beståndsdelar

Tillverkarna skall på en webbplats publicera det faktablad över beståndsdelar som avses ovan med undantag för följande uppgifter:

- Viktprocentintervaller.
- Parfymämnerna och eteriska oljor.
- Färgämnen.

Denna skyldighet skall inte tillämpas på industriella eller institutionella tvätt- och rengöringsmedel som innehåller tensider eller på tensider för industriella eller institutionella tvätt- och rengöringsmedel för vilka det finns ett tekniskt faktablad tillgängligt.

⁽¹⁾ EGT L 187, 20.7.1999, s. 52. Beslutet senast ändrat genom beslut 2003/200/EG (EUT L 76, 22.3.2003, s. 25).

⁽²⁾ International Union of Pure and Applied Chemistry.

⁽³⁾ International Nomenclature Cosmetic Ingredient.

BILAGA VIII

TEST- OCH ANALYSMETODER

Medlemsstaterna skall tillämpa följande test- och analysmetoder för kontroll av tvätt- och rengöringsmedel på marknaden.

1. Referensmetod (kontrollprov)**1.1 Definition**

Denna metod beskriver en laboratiemodell med aktivslamanläggning + sekundärsedimentering för simulering av kommunal avloppsrening. De beskrivna betingelserna är hämtade från de direktiv som föregick denna förordning. Förbättrade betingelser enligt de nyaste rönerna kan tillämpas på denna testmetod enligt beskrivningen i EN ISO 11733.

1.2 Erforderlig mätutrustning

Mätmetoden utnyttjar en liten aktivslamanläggning som visas i figur 1 och mer detaljerat i figur 2. Utrustningen består av ett lagringskärl A för syntetiskt avloppsvatten, doseringspump B, luftningskärl C, sedimenteringskärl D, luftpump E för återföring av det aktiva slammet samt kärl F för uppsamling av det behandlade avloppsvattnet.

Kärnen A och F måste vara av glas eller lämplig plast och rymma minst 24 liter. Pumpen B måste ge ett konstant flöde syntetiskt avloppsvatten till luftningskärl C, vilket under normal drift innehåller 3 liter blandad vätska. En sintrad luftningskub G är upphängd i kärlet C vid den koniska delens spets. Den luftmängd som blåses genom luftaren skall kontrolleras med en flödesmätare H.

1.3 Syntetiskt avloppsvatten

För provningen används syntetiskt avloppsvatten. Lös upp följande ämnen per liter vattenledningsvatten:

- 160 mg pepton,
- 110 mg köttextrakt,
- 30 mg urea, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$,
- 7 mg natriumklorid, NaCl ,
- 4 mg kalciumklorid, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 2 mg magnesiumsulfat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- 28 mg dikaliumvätefosfat, K_2HPO_4 , och
- 10 ± 1 mg av tensiden.

Nytt syntetiskt avloppsvatten skall beredas varje dag.

1.4 Beredning av prover

Enkla tensider analyseras i sitt ursprungliga tillstånd. Halten av tensiden i proverna måste fastställas för beredningen av det syntetiska avloppsvattnet (1.3).

1.5 Användning av utrustningen

Fyll först luftningskärl C och sedimenteringskärl D med syntetiskt avloppsvatten. Kärlet D skall vara så högt placerat att luftningskärl C innehåller tre liter. Utför inokuleringen genom att tillföra 3 ml sekundärt utflöde av god kvalitet, nyligen uppsamlat från en anläggning som i huvudsak tar emot hushållsavloppsvatten. Utflödet skall hållas aerobt under tiden mellan provtagningen och själva användningen. Starta sedan luftaren G, luftpumpen E och doseringsapparaten B. Det syntetiska avloppsvattnet måste passera genom luftningskärl C med en hastighet av en liter i timmen; detta ger en genomsnittlig retentionstid på tre timmar.

Luftningshastigheten skall regleras så att innehållet i kärlet C ständigt hålls suspenderat och halten löst syre är minst 2 mg/l. Skumbildning måste förhindras på lämpligt sätt. Skumdämpande medel som hämmar det aktiva slammet eller innehåller tensider får inte användas. Luftpumpen E skall vara inställd så att det aktiva slammet från sedimenteringskärlet ständigt och regelbundet återförs till luftningskärlet C. Slam som samlats kring toppen av luftningskärlet C, i botten av sedimenteringskärlet D eller i rörsystemet skall återföras till cirkulationen minst en gång om dagen genom avborstning eller på annat sätt. Om slammet inte sedimenterar kan sedimenteringen förbättras genom tillsättning av en 5-procentig lösning av järnklorid, 2 ml i taget, så många gånger som behövs.

Utflödet från sedimenteringskärlet D samlas upp i kärlet F under 24 timmar, varefter man tar ut ett prov efter omsorgsfull blandning. Rengör sedan kärlet F omsorgsfullt.

1.6 *Kontroll av mätutrustningen*

Halten av tensiden (i mg/l) i det syntetiska avloppsvattnet bestäms omedelbart före användningen.

Halten av tensiden (i mg/l) i det utflöde som samlats upp i kärlet F under 24 timmar bör bestämmas analytiskt med samma metod omedelbart efter uppsamlingen. I annat fall måste proverna bevaras, helst genom frysning. Halterna måste bestämmas med en noggrannhet av 0,1 mg/l tensid.

Som kontroll på processens effektivitet mäter man minst två gånger i veckan det kemiska syrebehovet (COD) eller upplöst organiskt kol (DOC) i utflödet, som filtrerats genom glasfiber och samlats upp i kärlet F och i det filtrerade syntetiska avloppsvattnet i kärlet A.

Reduceringen av COD eller DOC bör plana ut när nedbrytningen av tensiden är ungefär densamma varje dag mot slutet av inkörningsperioden enligt figur 3.

Halten torrsubstans i det aktiva slammet i luftningskärlet bör fastställas i g/l två gånger i veckan. Om halten är högre än 2,5 g/l skall överskottet av det aktiva slammet kasseras.

Nedbrytningstestet utförs i rumstemperatur, som skall hållas konstant mellan 19 och 24 °C.

1.7 *Beräkning av biologisk nedbrytbarhet*

Den procentuella nedbrytningen av tensiden skall beräknas varje dag på grundval av halten av tensiden i mg/l i det syntetiska avloppsvattnet och motsvarande utflöde som samlats upp i kärlet F.

De värden för nedbrytningen som då erhålls skall presenteras grafiskt enligt figur 3.

Nedbrytningen av tensiden bör beräknas som medeltalet av de värden som erhålls under de 21 dagar som följer efter inkörnings- och anpassningsperioden, under vilken nedbrytningen har varit regelbunden och anläggningen fungerat utan problem. Under alla förhållanden bör inkörningsperioden inte vara längre än sex veckor.

De dagliga nedbrytningsvärdena beräknas till närmaste 0,1 %, men slutresultatet anges i närmaste heltal.

I vissa fall kan det vara tillåtet att minska provtagningsfrekvensen, men minst 14 resultat insamlade under de 21 dagarna efter inkörningsperioden skall användas vid beräkning av genomsnittet.

2. **Bestämning av anjontensider vid testning av biologisk nedbrytbarhet**

2.1 *Princip*

Metoden är baserad på att den katjonaktiva färgen metylenblått bildar blå salter med anjontensider (MBAS), som kan extraheras med kloroform. För att eliminera störningar utförs extraktionen först från en alkalisk lösning, varpå extraktet skakas med en sur lösning av metylenblått. Den fränskilda organiska fasens absorbans mäts med en fotometer vid den våglängd som ger maximal absorption, dvs. 650 nm.

2.2 *Reagenser och utrustning*

2.2.1 *Buffertlösning pH 10*

Lös upp 24 g natriumbikarbonat, NaHCO₃ p.a., och 27 g vattenfritt natriumkarbonat (Na₂CO₃) p.a. i avjoniserat vatten och späd till 1 000 ml.

2.2.2 Neutral lösning av metylenblått

Lös upp 0,35 g metylenblått p.a. i avjoniserat vatten och späd till 1 000 ml. Bered lösningen minst 24 timmar innan den skall användas. Den blanka kloroformfasens absorbans, som mäts gentemot kloroform, får inte överskrida 0,015 per 1 cm av skiktets tjocklek vid 650 nm.

2.2.3 Sur lösning av metylenblått

Lös upp 0,35 g metylenblått p.a. i 500 ml avjoniserat vatten och blanda med 6,5 ml H₂SO₄ (d = 1,84 g/ml). Späd till 1 000 ml med avjoniserat vatten. Bered lösningen minst 24 timmar innan den skall användas. Den blanka kloroformfasens absorbans, som mäts gentemot kloroform, får inte överskrida 0,015 per 1 cm av skiktets tjocklek vid 650 nm.

2.2.4 Kloroform (triklorometan) p.a nydestillerad.

2.2.5 Dodecylbensensulfonsyrametylester.

2.2.6 Etanolkaliumhydroxidlösning KOH 0,1 M.

2.2.7 Ren etanol, C₂H₅OH.2.2.8 Svavelsyra, H₂SO₄ 0,5 M.

2.2.9 Fenolftaleinlösning

Lös upp 1 g fenolftalein i 50 ml etanol och tillsätt 50 ml avjoniserat vatten under ständig omrörning. Filtrera bort eventuell fällning.

2.2.10 Metanolsaltsyra: 250 ml saltsyra p.a. och 750 ml metanol.

2.2.11 Separertratt, 250 ml.

2.2.12 Kolv graderad till 50 ml.

2.2.13 Kolv graderad till 500 ml.

2.2.14 Kolv graderad till 1 000 ml.

2.2.15 Rundkolv med slipad glaspropp och återloppskylare, 250 ml, kokstenar.

2.2.16 pH-mätare.

2.2.17 Fotometer för mätningar vid 650 nm, med encentimeters till femcentimeters celler.

2.2.18 Filtrerpapper, kvalitativt.

2.3 *Förfarande*

Prov som skall analyseras får inte tas genom ett skumskikt.

Efter omsorgsfull rengöring med vatten måste analysutrustningen sköljas grundligt med metanolsaltsyra (2.2.10) och därefter med avjoniserat vatten innan den används.

Filtrera dels det vatten som rinner in i aktivslamanläggningen, dels även utflödet omedelbart vid provtagningen. Kassera de första 100 ml av filtraten.

Överför en uppmätt volym av provet, neutraliserad om så erfordras, till en 250 ml separertratt (2.2.11). Provmängden bör innehålla mellan 20 och 150 g MBAS. Vid lägre MBAS-halter kan man använda upp till 100 ml av provet. Om mindre än 100 ml används, späds med avjoniserat vatten till 100 ml. Tillsätt 10 ml buffertlösning (2.2.1), 5 ml neutral lösning av metylenblått (2.2.2) och 15 ml kloroform (2.2.4). Skaka blandningen jämnt men inte alltför kraftigt i en minut. Efter fassepareringen överförs kloroformskiktet till en annan separertratt, som innehåller 110 ml avjoniserat vatten och 5 ml sur lösning av metylenblått (2.2.3). Skaka blandningen i en minut. Tappa ner kloroformskiktet i en graderad kolv (2.2.12) genom ett bomullsfilt som tidigare rengjorts och fuktats med kloroform.

Extrahera de alkaliska och sura lösningarna tre gånger med användning av 10 ml kloroform för den andra och tredje extraktionen. Filtrera de kombinerade kloroformextrakten genom samma bomullsfilt och späd till märket på 50 ml-kolven (2.2.12) med den kloroform som används för tvättning av bomullen. Mät kloroformlösningens absorbans med en fotometer vid 650 nm i encentimeters till femcentimeters celler gentemot kloroform. Gör ett blindtest med hela förfarandet.

2.4 Kalibreringskurva

Bered en kalibreringslösning med standarden dodecylbensensulfonsyrametylester (tetrapropylen-typ molvikt 340) efter förtvålning med kaliumsalt. MBAS beräknas som natriumdodecylbensensulfonat (molvikt 348).

Väg upp 400–450 mg dodecylbensensulfonsyrametylester (2.2.5) i en rundkolv med vågpipett (noggrannhet 0,1 mg) och tillsätt 50 ml etanolkaliumhydroxidlösning (2.2.6) och några kokstenar. Sätt på återloppskylaren och koka i en timme. Tvätta kylaren och kulslipningen med cirka 30 ml etanol när vätskan svalnat och sätt det tvättade materialet till innehållet i kolven. Titra lösningen med svavelsyra mot fenoltalein tills den blir färglös. Överför lösningen till en kolv graderad till 1 000 ml (2.2.14), späd till märket med avjoniserat vatten och blanda.

En del av denna ytaktiva stamlösning späds sedan ytterligare. Ta ut 25 ml och överför till en graderad kolv på 500 ml (2.2.13), späd till märket med avjoniserat vatten och blanda.

Denna standardlösning innehåller

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

där E är provets vikt i mg.

För att göra upp kalibreringskurvan ta ut 1, 2, 4, 6, 8 ml av standardlösningen och späd varje sådan andel till 100 ml med avjoniserat vatten. Fortsätt sedan enligt punkt 2.3, inkl. blindtestet.

2.5 Resultatberäkning

Mängden anjon-tensid (MBAS) i provet avläses från kalibreringskurvan (2.4). MBAS-halten i provet erhålls av formeln

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

där V = ml volym i provet.

Uttryck resultatet som natriumdodecylbensensulfonat (molvikt 348).

2.6 Redovisning av resultaten

Uttryck resultaten som MBAS mg/l, avrundat till närmaste 0,1.

3. Bestämning av nonjontensider i vätskor för test av biologisk nedbrytbarhet

3.1 Princip

Tensider koncentreras och isoleras genom gasseparering. I det prov som används skall mängden icke-jonisk tensid vara i storleksordningen 250–800 g.

Det isolerade ämnet löses upp i etylacetat.

Efter fassseparering och avdunstning av lösningsmedlet utfälls den nonjoniska tensiden i en vattenlösning med modifierad Dragendorffreagens ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{isättika}$).

Utfällningen filtreras, tvättas med isättika och löses upp i ammoniumtartratlösning. Vismuten i lösningen titreras potentiometriskt med pyrrolidinditiokarbamatlösning med pH 4–5 och en indikatorelektrod av platina samt en referenselektrod av kalomel eller silver/silverklorid. Metoden kan användas för nonjontensider som innehåller 6–30 alkylenoxidgrupper.

Titreringsresultatet multipliceras med den empiriska faktorn 54 för omvandling till referensämnet nonylfenol kondenserat med 10 mol etylenoxid (NP 10).

3.2 Reagenser och utrustning

Reagenserna skall spädas med avjoniserat vatten.

3.2.1 Rent etylacetat, nydestillerat.

3.2.2 Natriumvätekarbonat, NaHCO_3 , p.a.

- 3.2.3 Utspädd saltsyra [20 ml koncentrerad syra (HCl) utspädd med vatten till 1 000 ml].
- 3.2.4 Metanol p.a., nydestillerad, förvaras i glasflaska.
- 3.2.5 Bromokresolrött, 0,1 g i 100 ml metanol.
- 3.2.6 Utfällningsmedel: Utfällningsmedlet är en blandning av två delar lösning A och en del lösning B. Blandningen förvaras i en brun flaska och kan användas i upp till en vecka efter blandningen.

3.2.6.1 Lösning A

Lös upp 1,7 g vismutnitrat p.a., $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, i 20 ml isättika och fyll på vatten till 100 ml. Lös sedan upp 65 g kaliumjodid p.a. i 200 ml vatten. Blanda dessa båda lösningar i en 1 000-ml mätkolv, tillsätt 200 ml isättika (3.2.7) och fyll på vatten till 1 000 ml.

3.2.6.2 Lösning B

Lös upp 290 g bariumklorid, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a. i 1 000 ml vatten.

- 3.2.7 Isättika 99–100 % (lägre koncentrationer är olämpliga).
- 3.2.8 Ammoniumtartratlösning: Blanda 12,4 g vinsyra p.a. och 12,4 ml ammoniaklösning p.a. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) och fyll på vatten till 1 000 ml (eller använd motsvarande mängd ammoniumtartrat p.a.).
- 3.2.9 Späd ammoniaklösningen: 40 ml ammoniaklösning p.a. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) spädd till 1 000 ml med vatten.
- 3.2.10 Standardacetatbuffert: Lös upp 40 g fast natriumhydroxid p.a. i 500 ml vatten i en bägare och låt det svalna. Tillsätt 120 ml isättika (3.2.7). Blanda omsorgsfullt, låt svalna och överför till en 1 000-ml mätkolv. Späd med vatten upp till märket.
- 3.2.11 Pyrrolidinditiokarbamatlösning (kallad "karbatlösning"): Lös upp 103 mg natriumpyrrolidinditiokarbamat, $\text{C}_3\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, i cirka 500 ml vatten, tillsätt 10 ml n-amylalkohol p.a. och 0,5 g NaHCO_3 p.a. och späd med vatten upp till 1 000 ml.
- 3.2.12 Kopparsulfatlösning (för standardisering av 3.2.11).

UTGÅNGSLÖSNING

Blanda 1,249 g kopparsulfat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p.a., med 50 ml 0,5 M svavelsyra och späd med vatten upp till 1 000 ml.

STANDARDLÖSNING

Blanda 50 ml av utgångslösningen med 10 ml 0,5 M H_2SO_4 och fyll på vatten upp till 1 000 ml.

- 3.2.13 Natriumklorid p.a.
- 3.2.14 Apparatur för gasseparering (se figur 5)
Den sintrade plattans diameter måste stämma överens med cylinderns innerdiameter.
- 3.2.15 Separertratt, 250 ml.
- 3.2.16 Magnetisk omrörare med magnet 25–30 mm.
- 3.2.17 Goochdegel, diametern vid den perforerade basen: = 25 mm, typ G4.
- 3.2.18 Cirkelrunda filterpapper av glasfiber, 27 mm diameter med fiberdiameter 0,3–1,5 μm .
- 3.2.19 Två filterkolvar med adaptrar och gummikragar på 500 respektive 250 ml.
- 3.2.20 250 mV registreringspotentiometer försedd med en indikatorelektrod av ljus platina och kalomel eller silver/silverkloridreferenselektrod med automatisk byrett med en volym på 20–25 ml eller motsvarande manuella utrustning.

3.3 Metod

3.3.1 Koncentration och separering av tensiden

Filtrera det vattenhaltiga provet genom ett kvalitativt filterpapper. Kassera de första 100 ml av filtratet.

Skölj separeringsapparaten med etylacetat och placera en uppmätt mängd av provet i densamma, så att apparaten innehåller mellan 250 och 800 g icke-jonisk tensid.

Förbättra separationen genom att tillsätta 100 g natriumklorid och 5 g natriumbikarbonat.

Om provets volym överskrider 500 ml, tillsätt dessa salter i separeringsapparaten i fast form och lös upp genom att släppa igenom kväve eller luft.

Om ett mindre prov används, lös upp salterna i 400 ml vatten och håll dem sedan i separeringsapparaten.

Tillsätt vatten så att nivån kommer upp till den övre kranen.

Tillsätt försiktigt 100 ml etylacetat ovanpå vattnet.

Fyll tvättflaskan i gasledningen (kväve eller luft) till två tredjedelar med etylacetat.

Låt en gasström med ett flöde av 30–60 l/h passera genom apparaten; en rotameter rekommenderas. Luftningshastigheten måste ökas gradvis i början. Lufthastigheten skall justeras så att faserna är klart åtskilda för att minska en omblandning av faserna och upplösning av etylacetatet i vattnet. Stäng av gasflödet efter 5 minuter.

Om den organiska fasen reduceras med mer än 20 % i volym genom upplösning i vatten, måste sublimeringen upprepas med speciell uppmärksamhet på luftflödets hastighet.

Håll av den organiska fasen i en separertratt. Håll tillbaka eventuellt vatten från vattenfasen i separertratten (bör bara vara några få ml) till separeringsapparaten. Filtrera etylacetatfasen genom ett torrt filterpapper av god kvalitet ner i en 250-ml bägare.

Håll ytterligare 100 ml etylacetat i separeringsapparaten och släpp åter på kväve eller luft genom apparaten i 5 minuter. Tappa av den organiska fasen i separertratten, som använts för den första separationen, kassera vattenfasen och kör den organiska fasen genom samma filter som använts för den första etylacetatdelen. Skölj både separertratten och filtret med cirka 20 ml etylacetat.

Låt etylacetatet avdunsta på ett vattenbad tills allt vatten är borta (i ventilationsskåp). Rikta en svag luftström över ytan för att påskynda avdunstningen.

3.3.2 Utfällning och filtrering

Lös upp det torra restmaterialet från 3.3.1 i 5 ml metanol, tillsätt 40 ml vatten och 0,5 ml utspädd HCl (3.2.3) och rör blandningen med en magnetisk omrörare.

Till denna lösning tillsätts 30 ml utfällningsmedel (3.2.6) från en mätcylinder. Utfällningen bildas efter upprepad omrörning. Rör om i 10 minuter och låt sedan blandningen stå minst 5 minuter.

Filtrera blandningen genom Goochdegeln, vars underdel är täckt med filterpapper av glasfiber. Tvätta först filtret under sug med cirka 2 ml isättika. Skölj sedan bägaren, magneten och degeln grundligt med isättika, varvid 40–50 ml erfordras. Man behöver inte kvantitativt överföra den utfällning som fastnat längs bägarens sidor till filtret, eftersom utfällningslösningen för titreringen hålls tillbaka i utfällningsbägaren och den återstående utfällningen därvid kommer att lösas upp.

3.3.3 Upplösning av utfällningen

Lös upp utfällningen i filterdegeln genom att tillsätta varm ammoniumtartratlösning (ca 80 °C), (3.2.8) i tre omgångar på 10 ml vardera. Låt varje omgång stå i degeln i några minuter innan den sugs igenom filtret ner i kolven.

Placera filterkolvens innehåll i den bägare som används för utfällningen. Skölj bägarens sidor med ytterligare 20 ml tartratlösning för att lösa upp resten av utfällningen.

Tvätta omsorgsfullt degeln, adaptern och filterkolven med 150–200 ml vatten och håll tillbaka sköljvattnet i den bägare som använts för utfällningen.

3.3.4 Titring

Rör om lösningen med en magnetomrörare (3.2.16), tillsätt några droppar bromokresolrött (3.2.5) och tillsätt den utspädda ammoniaklösningen (3.2.9) tills färgen slår om till violett (lösningen är först svagt sur från återstoden av ättiksyran som använts vid sköljningen).

Tillsätt sedan 10 ml standardacetatbuffert (3.2.10), sänk ned elektroderna i lösningen och titrera potentiometriskt med den standardiserade "karbatlösningen" (3.2.11) med byrettspetsen nedsänkt i lösningen.

Titreringshastigheten får inte överskrida 2 ml/min.

Slutpunkten är skärningspunkten mellan tangenterna till de båda grenarna av potentialkurvan.

Ibland kan man märka att potentialkurvan har planat ut; detta kan elimineras genom att platinaelektroden rengörs omsorgsfullt (polering med smärgelduk).

3.3.5 Blindprov

Utför samtidigt ett blindprov genom hela förfarandet med 5 ml etanol och 40 ml vatten enligt anvisningarna i 3.3.2. Vid titrering av blindprov bör det gå åt mindre än 1 ml, annars kan man misstänka att reagenserna (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10) inte är helt rena, framför allt vad beträffar förekomst av tungmetaller, och därför måste bytas ut. Blindprovet måste beaktas vid resultatberäkningen.

3.3.6 Styrning av faktorn för "karbatlösningen"

Bestäm faktorn för karbatlösningen samma dag den används. För att göra detta titrerar man 10 ml kopparsulfatlösning (3.2.12) med "karbatlösningen" efter att ha tillsatt 100 ml vatten och 10 ml standardacetatbuffert (3.2.10). Om den mängd som används är a ml blir faktorn f :

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

och samtliga titreringsresultat skall multipliceras med denna faktor.

3.4 Resultatberäkning

Varje icke-jonisk tensid har sin egen faktor beroende på dess sammansättning, framför allt alkenoxidkedjans längd. Koncentrationen av nonjontensiden uttrycks i förhållande till ett normerat ämne – en nonylfenol med 10 etylenoxidenheter (NP 10) – för vilken omvandlingsfaktorn är 0,054.

Med denna faktor uttrycks mängden tensid i provet i mg NP 10-ekivalent enligt följande:

$$(b - c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg icke-jonisk tensid som NP 10}$$

där:

b = "karbatlösningens" mängd i provet (ml),

c = "karbatlösningens" mängd i blindprovet (ml),

f = "karbatlösningens" faktor.

3.5 Redovisning av resultaten

Redovisa resultaten i mg/l som NP 10 med en noggrannhet av 0,1.

4. Förberedande behandling av anjontensider som skall testas

4.1 Inledande kommentarer

4.1.1 Behandling av prover

Anjontensider och formulerade tvätt- och rengöringsmedel behandlas före bestämningen av den primära biologiska nedbrytbarheten genom kontrollprovet på följande sätt:

Produkter	Behandling
Anjontensider	Ingen
Formulerade tvätt- och rengöringsmedel	Alkoholextraktion följt av separation av anjontensider genom jonbyte

Avsikten med alkoholextraktionen är att avskilja de olösliga och oorganiska beståndsdelarna i den kommersiella varan, vilka i vissa fall kan störa testningen av biologisk nedbrytbarhet.

4.1.2 Jonbytesförfarande

Isolering och separering av anjon-tensiderna från tvål, nonjontensider och katjontensider krävs för korrekta tester av den biologiska nedbrytbarheten.

Detta kan göras genom jonbyte med en makroporös jonbytarmassa och lämpliga elueringsmedel för fraktionerad eluering. Tvål, anjoniska och nonjontensider kan alltså isoleras med ett och samma förfarande.

4.1.3 Analytisk kontroll

Efter homogenisering fastställs halten av anjontensider i det syntetiska tvätt- eller rengöringsmedlet med analysförfarandet för MBAS. Tvålhalten bestäms med en lämplig analysmetod.

Denna analys av produkterna är nödvändig för beräkning av de mängder som behövs för beredning av de prover som skall användas för testerna av den biologiska nedbrytbarheten.

En kvantitativ extraktion är inte nödvändig; minst 80 % av anjontensiderna bör dock extraheras. Normalt uppnås 90 % eller mer.

4.2 Princip

Från ett homogent prov (pulver, torkade pastor och torkade vätskor) erhålls ett etanolextrakt som innehåller tensiderna, tvål och andra alkohollösliga beståndsdelar i det syntetiska tvätt- eller rengöringsmedelsprovet.

Etanolextraktet får avdunsta helt och löses upp i en blandning av isopropanol och vatten, varpå den erhållna lösningen får passera genom en starkt sur katjonbytare och en makroporös anjonbytare i kombination, uppvärmd till 50 °C. Denna temperatur är nödvändig för att förhindra utfällning av de fettsyror som kan förekomma i sura medier.

Nonjontensiderna blir kvar i utflödet.

Fettsyror i tvål separeras genom extraktion med etanol innehållande CO₂. Anjontensiderna erhålls sedan som ammoniumsalter genom upplösning med en isopropanollösning av ammoniumbikarbonat. Dessa ammoniumsalter används för nedbrytningstestet.

Katjontensider som kan störa testningen av den biologiska nedbrytbarheten och analysen avlägsnas genom att katjonbytare placeras ovanför anjonbytare.

4.3 Kemikalier och utrustning

4.3.1 Avjoniserat vatten.

4.3.2 Etanol, 95 % (volym/volym) C₂H₅OH (tillåtet denatureringsmedel: metyletylketon eller metanol).

4.3.3 Blandning av isopropanol/vatten (50/50 volym/volym):

— 50 volymdelar isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, och

— 50 volymdelar vatten (4.3.1).

4.3.4 Lösning av koldioxid i etanol (ca 0,1 % CO₂): via ett rör med inbyggd sintring får koldioxiden, CO₂, flyta genom etanolen (4.3.2) i 10 minuter. Använd bara nyberedda lösningar.

4.3.5 Lösning av ammoniumbikarbonat (60/40 volym/volym): 0,3-mol NH₄HCO₃ i 1 000 ml av en blandning isopropanol/vatten med 60 volymdelar isopropanol och 40 volymdelar vatten (4.3.1).

4.3.6 Katjonbytare (KAT), starkt sur, alkoholresistent (50–100 mesh).

4.3.7 Anjonbytare (AAT), makroporös, Merck Lewatit MP 7080 (70–150 mesh) eller likvärdig.

4.3.8 Saltsyra, 10 % HCl (vikt/vikt).

4.3.9 En 2 000-ml kolv med rund botten och slipad glaspropp samt återflödeskylare.

4.3.10 Sugfilter (uppvärmbart) för filterpapper, diameter 90 mm.

4.3.11 2 000 ml filterkolv.

4.3.12 Jonbytarkolonner med uppvärmningshölje och kran, innerrör, diameter 60 mm, höjd 450 mm (se figur 4).

4.3.13 Vattenbad.

4.3.14 Vakuum-torkugn.

4.3.15 Termostat.

4.3.16 Roterande indunstare.

4.4 *Beredning av extrakt och separation av anjonaktiva ämnen*

4.4.1 Beredning av extrakt

Den mängd tensider som erfordras för testning av biologisk nedbrytbarhet är cirka 50 g MBAS.

Normalt behöver inte mer än 1 000 g av produkten extraheras, men det kan bli nödvändigt att extrahera ytterligare mängder av provet. Av praktiska skäl bör den mängd av produkten som extraheras begränsas till 5 000 g vid beredning av extrakt för testning av biologisk nedbrytbarhet.

Erfarenheten har visat att det är fördelaktigt att använda flera mindre extraktioner i stället för en stor. De kvantiteter bytare som här anges är avsedda för en arbetskaperkapacitet på 600-700 mmol tensider och tvål.

4.4.2 Isolering av alkohollösliga beståndsdelar

Tillsätt 250 g av det syntetiska tvätt- och rengöringsmedel som skall analyseras till 1 250 ml etanol, värm blandningen till kokpunkten och återloppskoka i 1 timme under omrörning. Håll den varma alkoholhaltiga lösningen genom ett grovporigt sugfilter uppvärmt till 50 °C och filtrera snabbt. Tvätta kolven och sugfiltret med cirka 200 ml varm etanol. Samla upp filtratet och materialet från det tvättade filtret i en filtrerolv.

Vid analys av pastor eller flytande produkter tillförsäkras att inte mer än 55 g anjontensider och 35 g tvål finns med i provet. Indunsta det vägda provet tills det är helt torrt. Lös upp restmaterialet i 2 000 ml etanol och fortsätt enligt beskrivningen ovan.

För pulver med låg skenbar densitet (< 300 g/l) är det lämpligt att öka etanolhalten till 20:1. Indunsta etanol-filtratet till torrhet, helst med en roterande indunstare. Upprepa detta om större extraktmängd behövs. Lös upp restmaterialet i 5 000 ml av en blandning av isopropanol och vatten.

4.4.3 Tillverkning av jonbytarkolonerna

KATJONBYTARKOLONN

Placera 600 ml katjonbytarmassa (4.3.6) i en 3 000-ml bägare och täck den genom att tillsätta 2 000 ml salt-syra (4.3.8). Låt detta stå i minst 2 timmar med omrörning då och då.

Häll av syran och för över jonbytarmassan till kolonnen (4.3.12) med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp.

Tvätta kolonnen med avjoniserat vatten med en hastighet av 10-30 ml/min tills eluatet är kloridfritt.

Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (4.3.3) med en hastighet av 10-30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu klar för användning.

ANJONBYTARKOLONN

Placera 600 ml anjonbytarmassa (4.3.7) i en 3 000-ml bägare och täck genom att tillsätta 2 000 ml avjoniserat vatten.

Låt massan svälla i minst 2 timmar.

Överför massan till kolonnen med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp.

Tvätta kolonnen med 0,3 M ammoniumbikarbonatlösning (4.3.5) tills den är fri från klorid. För detta erfordras ungefär 5 000 ml lösning. Tvätta igen med 2 000 ml avjoniserat vatten. Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (4.3.3) med en hastighet av 10-30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu i OH-tillståndet och klar för användning.

4.4.4 Jonbytesförfarande

Anslut jonbytarkolonnerna så att katjonbytaren är placerad ovanpå anjonbytaren.

Värm båda jonbytarkolonnerna till 50 °C med termostatstyrning.

Värm 5 000 ml av den lösning som erhållits enligt 4.4.2 ovan till 60 °C och låt lösningen rinna genom jonbytarkombinationen med en hastighet av 20 ml/min. Tvätta kolonnerna med 1 000 ml varm blandning isopropanol/vatten (4.3.3).

Koppla ifrån katjonbytaren (KAT) för att få fram anjon-tensiderna (MBAS). Driv ut tvålfettsyrorna ur katjonbytaren med 5 000 ml lösning etanol/CO₂ vid 50 °C (4.3.4). Kassera eluatet.

Driv sedan ut MBAS ur anjonbytaren (AAT) med 5 000 ml bikarbonatlösning (4.3.5). Låt all vätska avdunsta på ett ångbad eller i en roterande indunstare.

Det återstående restmaterialet innehåller MBAS (som ammoniumsalt) och eventuella icke ytaktiva anjoner, vilka inte stör testningen av biologisk nedbrytning. Tillsätt avjoniserat vatten till restmaterialet tills en bestämd volym erhålls och fastställ MBAS-halten i en delmängd. Lösningen används som standardlösning av anjonaktiva syntetiska tvätt- och rengöringsmedel för testning av biologisk nedbrytbarhet. Lösningen skall hållas vid en temperatur under 5 °C

4.4.5 Regenerering av jonbytarmassorna

Katjonbytaren kasseras efter användningen.

Anjonbytarmassan regenereras genom att ytterligare ammoniumbikarbonatlösning (4.3.5) får passera genom kolonnen med en flödes hastighet av cirka 10 ml/min tills eluatet är fritt från anjontensider (test med metylenblått).

Skölj sedan anjonbytaren med 2 000 ml av blandningen av isopropanol och vatten (4.3.3). Därmed är anjonbytaren klar för återanvändning.

5. Förberedande behandling av nonjontensider som skall testas

5.1 Inledande kommentarer

5.1.1 Behandling av prover

Nonjontensider och formulerade tvätt- och rengöringsmedel behandlas före bestämningen av den primära biologiska nedbrytbarheten genom kontrollprovet på följande sätt:

Produkter	Behandling
Nonjontensider	Ingen
Formulerade tvätt- och rengöringsmedel	Alkoholextraktion följt av separation av nonjontensider genom jonbyte

Avsikten med alkoholextraktionen är att avskilja de olösliga och oorganiska beståndsdelarna i den kommersiella varan, vilka i vissa fall kan störa testningen av biologisk nedbrytbarhet.

5.1.2 Jonbytesförfarande

Isolering och separation av nonjontensider från tvål, anjontensider och katjontensider krävs för korrekta tester av den biologiska nedbrytbarheten.

Detta kan göras genom jonbyte med en makroporös jonbytarmassa och lämpliga elueringsmedel för fraktionerad eluering. Tvål, anjoniska och nonjontensider kan alltså isoleras med ett och samma förfarande.

5.1.3 Analytisk kontroll

Efter homogenisering fastställs halten av anjoniska och nonjontensider i tvätt- eller rengöringsmedlet med analysförfarandet MBAS eller BiAS. Tvålhalten bestäms med en lämplig analysmetod.

Denna analys av produkten är nödvändig för beräkning av de mängder som behövs för beredning av de prover som skall användas för testerna av den biologiska nedbrytbarheten.

En kvantitativ extraktion är inte nödvändig; minst 80 % av nonjontensider bör dock extraheras. Normalt uppnås 90 % eller mer.

5.2 Princip

Från ett homogent prov (pulver, torkade pastor och torkade vätskor) erhålls ett etanolextrakt som innehåller tensider, tvål och andra alkohollösliga beståndsdelar i tvätt- eller rengöringsmedelsprovet.

Etanolextraktet får avdunsta helt och löses upp i en blandning av isopropanol och vatten, varpå den erhållna lösningen får passera genom en starkt sur katjonbytare och en makroporös anjonbytare i kombination, uppvärmd till 50 °C. Denna temperatur är nödvändig för att förhindra utfällning av de fettsyror som kan förekomma i sura medier. Nonjontensiderna erhålls från utflödet genom avdunstning.

Katjontensider som kan störa nedbrytningstestet och analysen avlägsnas genom att katjonbytaren placeras ovanför anjonbytaren.

5.3 Kemikalier och utrustning

5.3.1 Avjoniserat vatten.

5.3.2 Etanol, 95 % (volym/volym) C₂H₅OH (tillåtet denatureringsmedel: metyletylketon eller metanol).

5.3.3 Blandning av isopropanol/vatten (50/50 volym/volym):

— 50 volymdelar isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, och

— 50 volymdelar vatten (5.3.1).

5.3.4 Lösning av ammoniumbikarbonat (60/40 volym/volym):

0,3 mol NH₄HCO₃ i 1 000 ml av en blandning isopropanol/vatten med 60 volymdelar isopropanol och 40 volymdelar vatten (5.3.1).

5.3.5 Katjonbytare (KAT), starkt sur, alkoholresistent (50–100 mesh).

5.3.6 Anjonbytare (AAT), makroporös, Merck Lewatit MP 7080 (70–150 mesh) eller likvärdig.

5.3.7 Saltsyra, 10 % HCl (vikt/vikt).

5.3.8 En 2 000-ml kolv med rund botten och slipad glaspropp samt återflödeskylare.

5.3.9 Sugfilter (uppvärmbart) för filtrerpapper, diameter 90 mm.

5.3.10 2 000 ml filtrerkolv.

5.3.11 Jonbytaskolonner med uppvärmningshölje och kran, innerrör, diameter 60 mm, höjd 450 mm (se figur 4).

5.3.12 Vattenbad.

5.3.13 Vakuump-torkugn.

5.3.14 Termostat.

5.3.15 Roterande indunstare.

5.4 Beredning av extrakt och separation av icke-jonaktiva ämnen

5.4.1 Beredning av extrakt

Den mängd tensider som erfordras för nedbrytningstestet är cirka 25 g BiAS.

Vid beredningen av extrakt för nedbrytningstestet bör man inte använda mer än 2 000 g av produkten. Därför kan det bli nödvändigt att utföra extraktionen två eller flera gånger, för att få en tillräcklig mängd för nedbrytningstesterna.

Erfarenheten har visat att det är fördelaktigt att använda flera mindre extraktioner i stället för en stor.

5.4.2 Isolering av alkohollösliga beståndsdelar

Tillsätt 250 g av det syntetiska tvättmedel som skall analyseras till 1 250 ml etanol, värm blandningen till kokpunkten och låt den återloppskoka i 1 timme under omrörning. Håll den varma alkoholhaltiga lösningen genom ett grovporigt sugfilter uppvärmt till 50 °C och filtrera snabbt. Tvätta kolven och sugfiltret med cirka 200 ml varm etanol. Samla upp filtratet och materialet från det tvättade filtret i en filtrerkolv.

Vid analys av pastor eller flytande produkter tillförsäkras att inte mer än 25 g anjontensider och 35 g tvål finns med i provet. Indunsta det vägda provet tills det är helt torrt. Lös upp restmaterialet i 500 ml etanol och fortsätt enligt beskrivningen ovan. För pulver med låg skenbar densitet (< 300 g/l) är det lämpligt att öka etanolhalten till 20:1.

Indunsta etanolfiltratet till fullständig torrhet, helst med en roterande indunstare. Upprepa detta om större extraktmängd behövs. Lös upp restmaterialet i 5 000 ml av en blandning av isopropanol och vatten.

5.4.3 Tillverkning av jonbytarkolonnerna

KATJONBYTARKOLONN

Placera 600 ml katjonbytarmassa (5.3.5) i en 3 000-ml bägare och täck den genom att tillsätta 2 000 ml saltsyra (5.3.7). Låt detta stå i minst 2 timmar med omrörning då och då.

Håll av syran och för över jonbytarmassan till kolonnen (5.3.11) med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp. Tvätta kolonnen med avjoniserat vatten med en hastighet av 10–30 ml/min tills eluatet är kloridfritt.

Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (5.3.3) med en hastighet av 10–30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu klar för användning.

ANJONBYTARKOLONN

Placera 600 ml anjonbytarmassa (5.3.6) i en bägare och täck den genom att tillsätta 2 000 ml avjoniserat vatten. Låt massan svälla i minst 2 timmar. Överför massan till kolonnen med hjälp av avjoniserat vatten. Kolonnen skall innehålla en glasullspropp.

Tvätta kolonnen med 0,3 M ammoniumbikarbonatlösning (5.3.4) tills den är fri från klorid. För detta erfordras ungefär 5 000 ml lösning. Tvätta igen med 2 000 ml avjoniserat vatten.

Avlägsna vattnet med 2 000 ml av blandningen isopropanol och vatten (5.3.3) med en hastighet av 10–30 ml/min. Jonbytarkolonnen är nu i OH-tillståndet och klar för användning.

5.4.4 Jonbytesförfarande

Anslut jonbytarkolonnerna så att katjonbytaren är placerad ovanpå anjonbytaren. Värm båda jonbytarkolonnerna till 50 °C med termostatsstyrning. Värm 5 000 ml av den lösning som erhållits enligt 5.4.2 ovan till 60 °C och låt lösningen rinna genom jonbytarkombinationen med en hastighet av 20 ml/min. Tvätta kolonnerna med 1 000 ml varm blandning isopropanol/vatten (5.3.3).

För att få fram nonjontensiderna, samla upp filtratet och tvättvätskan från filtret och indunsta tills allt vatten är borta, helst i en roterande indunstare. Återstoden innehåller BiAS från provet. Tillsätt avjoniserat vatten tills en bestämd volym erhålls och fastställ BiAS-halten i en delmängd. Lösningen används som standardlösning av nonjontensider för nedbrytningstestet. Lösningen skall hållas vid en temperatur under 5 °C.

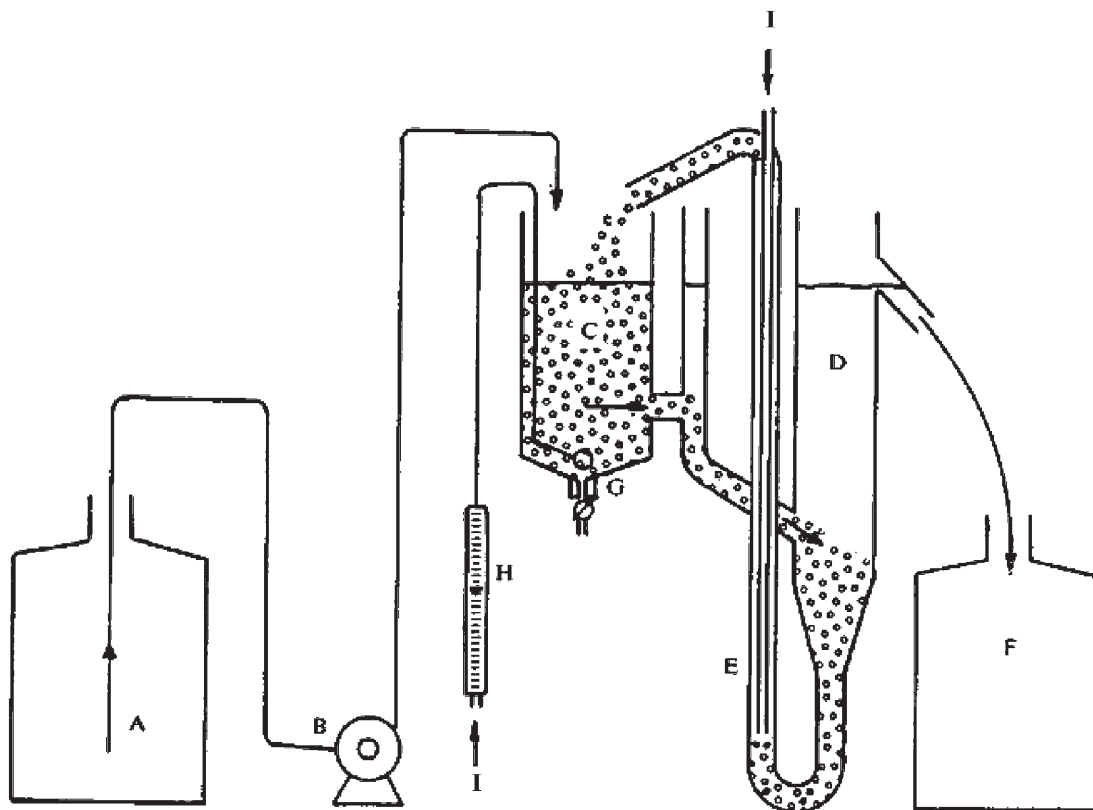
5.4.5 Regenerering av jonbytarmassorna

Katjonbytaren kasseras efter användningen.

Anjonbytarmassan regenereras genom att 5 000–6 000 ml ammoniumbikarbonatlösning (5.3.4) får passera genom kolonnen med en flödeshastighet av cirka 10 ml/min tills eluatet är fritt från anjontensider (test med metylenblått). Skölj sedan anjonbytaren med 2 000 ml av blandningen av isopropanol och vatten (5.3.3). Därmed är anjonbytaren klar för återanvändning.

Figur 1

Aktiv slamanläggning: översikt

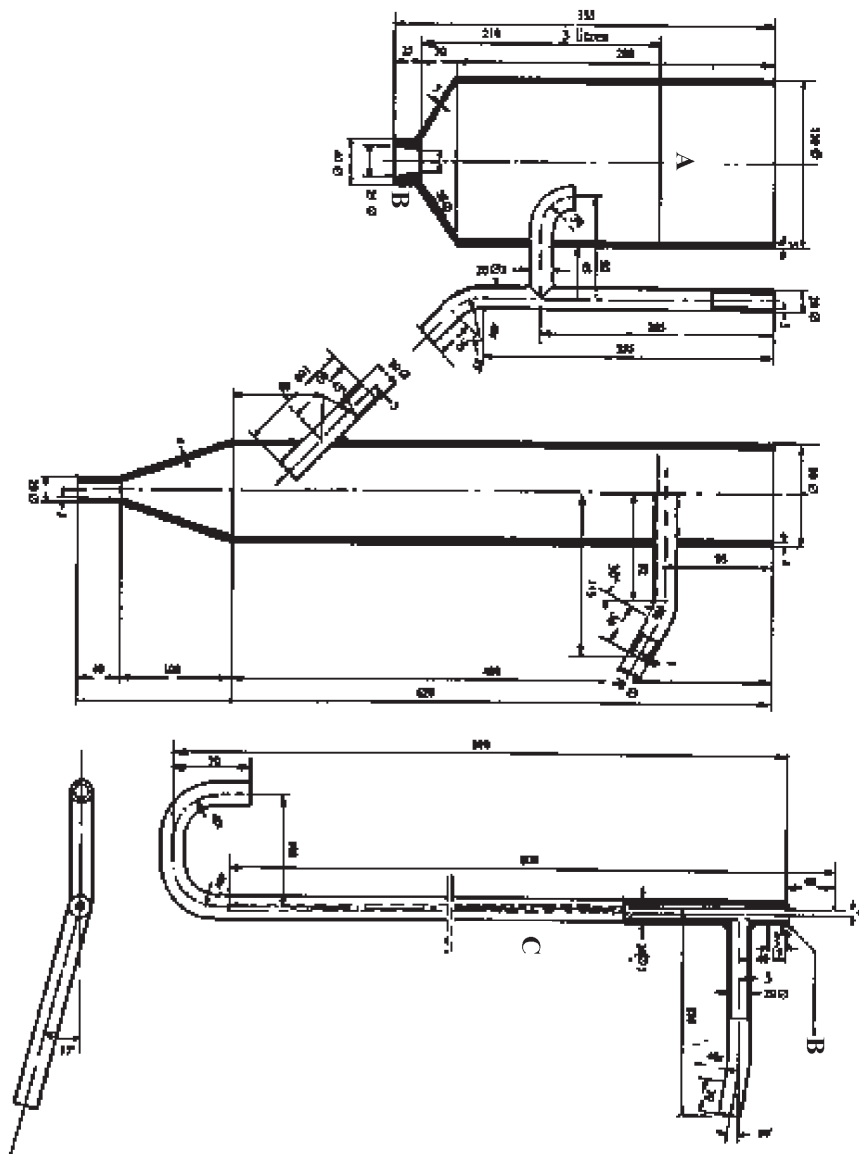


- A. Lagringskär
- B. Doseringsapparat
- C. Luftningskär (kapacitet 3 liter)
- D. Sedimenteringskär
- E. Luftpump
- F. Uppsamlingskär
- G. Sintrad luftare
- H. Luftflödesmätare
- I. Luft

Figur 2

Aktivslamanläggning: detaljöversikt

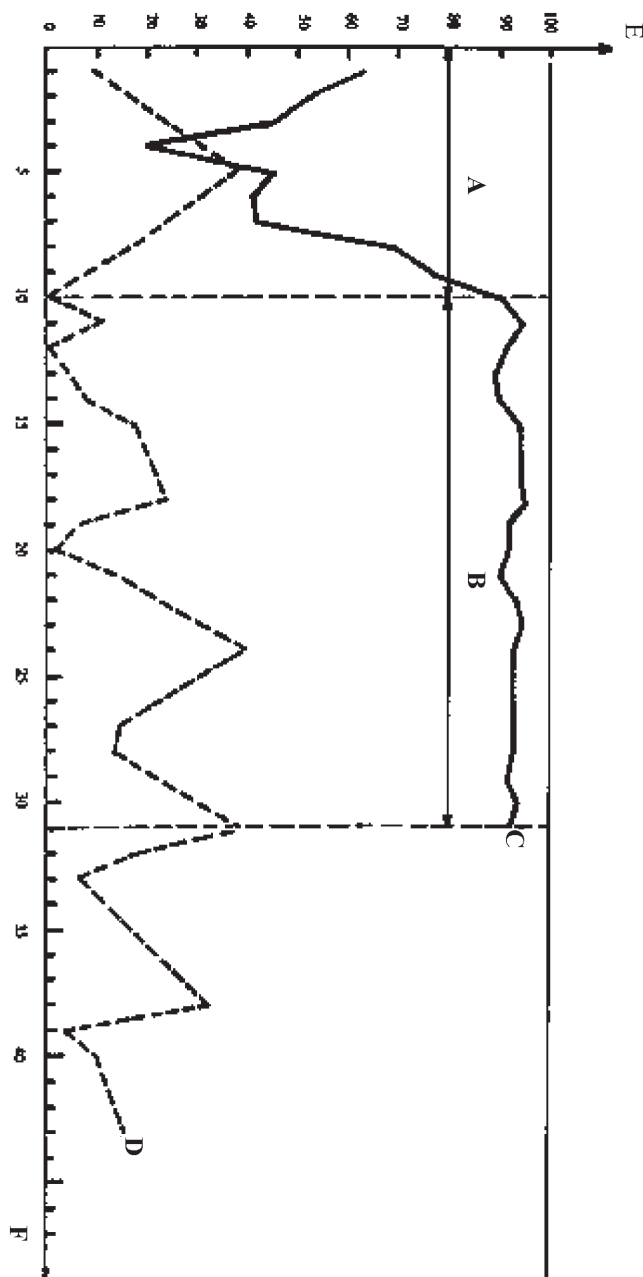
(mått i millimeter)



- A. Vätskenivå
- B. Hård PVC
- C. Glas eller vattentät plast (hård PVC)

Figur 3

Beräkning av biologisk nedbrytbarhet — Kontrollprov



- A. Inkörningsperiod
- B. Period som används vid beräkningen (21 dagar)
- C. Lätt biologiskt nedbrytbar tensid
- D. Tensid som inte är lätt biologiskt nedbrytbar
- E. Biologisk nedbrytbarhet (%)
- F. Tid (dagar)

Figur 5

Utrustning för gasseparering

(mått i mm)

