



KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER

Bruxelles, den 4.9.2002
KOM(2002) 485 endelig

2002/0216 (COD)

Forslag til

EUROPA-PARLAMENTETS OG RÅDETS FORORDNING

om vaske- og rengøringsmidler

(forelagt af Kommissionen)

BEGRUNDELSE

Artikel 1 – Mål

Det grundlæggende mål med denne forordning er, at der skal være fri bevægelighed for vaske- og rengøringsmidler i det indre marked. Forordningen er specielt en modernisering af de eksisterende direktiver om vaske- og rengøringsmidler med hensyn til overfladeaktive stoffers bionedbrydelighed og beskyttelsen af miljøet i relation til dette vigtige spørgsmål. De foreslåede nye test for bionedbrydelighed sikrer et højere miljøbeskyttelsesniveau og kan samtidig anvendes på alle typer overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler. Desuden bliver kravene i Kommissionens henstilling 89/542 om mærkning af vaske- og rengøringsmidler gjort bindende for de produkter, der er omfattet af denne forordning, ligesom der bliver indført et krav om, at forbrugerne skal oplyses om tilstedeværelsen af parfume i vaske- og rengøringsmidler.

Artikel 2 og bilag I – Definitioner

Den foreslåede definition af "vaske- og rengøringsmiddel" udvider anvendelsesområdet for den eksisterende lovgivning til også at dække anden lignende brug, som falder ind under lovgivningens mål i overensstemmelse med de relevante erfaringer med gennemførelsen i medlemsstaterne.

Der indføres desuden en definition på overfladeaktive stoffer. En sådan mangler i den eksisterende lovgivning.

Der gives definitioner på de bionedbrydelighedsbegreber, som indgår i forordningen, da disse er af betydning for en korrekt gennemførelse af bestemmelserne.

Endelig indføres andre definitioner (*f.eks.*: "rengøring", "vask", "stof", "præparat", "markedsføring" osv.), som kan være af betydning ved gennemførelsen af forordningen.

Artikel 3 til 7 – Begrænsninger for markedsføring

Disse artikler vedrører bestemmelserne om forbud mod markedsføring af stoffer og betingelserne for at give dispensation.

Det findes hensigtsmæssigt at fastsætte en overgangsperiode på to år regnet fra datoen for forordningens ikrafttræden, så producenterne eller importørerne af disse stoffer får mulighed for at søge om dispensation.

Testsystemet er baseret på miljøhensyn og er samtidig et forsøg på at begrænse omkostningerne for de økonomiske aktører, da kun en brøkdel af de pågældende stoffer vil skulle gå igennem hele rækken af relevante test. Dette vil kun være nødvendigt for nogle få stoffer.

Der kan gives dispensation for stoffer, der ikke består de test for "fuldstændig bionedbrydelighed", der er beskrevet i bilag III, hvis fabrikanten anmoder herom. Kommissionen træffer afgørelse om dispensationsansøgningerne fra sag til sag efter udvalgsproceduren.

Der kan kun gives dispensation, hvis stofferne opfylder kravene til primær bionedbrydelighed i bilag II, og dispensationen afhænger desuden af vurderingen af de yderligere oplysninger, der skal leveres i henhold til bilag IV.

Det er fundet hensigtsmæssigt i disse artikler at henvise til andre retsfor skrifter, navnlig direktiv 76/769/EØF, ifølge hvilke markedsføringen af stoffer omfattet af denne forordning kan begrænses, som det f.eks. er tilfældet i forbindelse med afgørelser og henstillinger i Parcom-regi.

Det er hensigten, at ansvaret i højere grad skal lægges over til fabrikanterne, som skal sikre, at alle relevante test bliver gennemført, i modsætning til den nuværende situation, hvor meget har været op til medlemsstaternes initiativer.

Artikel 8 – Medlemsstaternes pligter

Det er afgørende for at nå forordningens mål, at det nøjagtigt fastlægges, hvilke foranstaltninger de ansvarlige myndigheder, der er udpeget af medlemsstaterne, har det direkte ansvar for ud over de foranstaltninger, der er omhandlet i artikel 3 om begrænsning af markedsføringen.

Som under de tidligere forskrifter skal medlemsstaterne fremsende en liste over de laboratorier, der er godkendt til at gennemføre de referencetest, der er fastlagt i bilag II og III.

Artikel 9 – Fabrikanternes pligter

Fabrikanter af vaske- og rengøringsmidler og/eller af overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler skal stille den tekniske dokumentation for alle de pågældende stoffer til rådighed for de nationale myndigheder. Medlemsstaterne skal træffe alle de nødvendige foranstaltninger og eventuelt gribe aktivt ind for at sikre, at denne bestemmelse overholdes.

Fabrikanter af vaske- og rengøringsmidler har ansvaret for, at præparater, som indeholder overfladeaktive stoffer, der ikke opfylder bestemmelserne, ikke markedsføres, og for, at al krævet teknisk dokumentation foreligger.

Artikel 10 – Kontrolforanstaltninger

Medlemsstaternes kompetente myndigheder bør have mulighed for at anvende kontrolforanstaltninger for at sikre, at fabrikanterne opfylder bestemmelserne i denne forordning.

Artikel 11 og bilag VIII – Mærkning og datablad for indholdsstoffer

Med denne artikel og det dertil hørende bilag bibeholdes og videreføres de eksisterende bestemmelser om mærkning. Under hensyn til den udvikling, der blev sat i gang med henstilling 89/542/EØF om mærkning af vaske- og rengøringsmidler, gøres henstillingens bestemmelser, som fastsat i artikel 2 og 3, samtidig bindende.

Henstillingen har fungeret godt i den forstand, at den i vidt omfang er blevet overholdt i de fleste medlemsstater. Nærværende forslag er imidlertid en passende lejlighed til at kombinere mærkningsbestemmelserne med andre bestemmelser om markedsføring af vaske- og rengøringsmidler.

Dette er et udtryk for, at henstillingen har været en succes, og skal på ingen måde fortolkes som et tiltag mod frivillige aftaler. Kommissionens henstilling 98/480/EF om god miljøpraksis for vaske- og rengøringsmidler vil blive bevaret særskilt, da den vedrører områder, der ikke er omfattet af denne forordning.

På grund af parfumers og konserveringsmidlers voksende betydning er de medtaget som et nyt element i forhold til henstilling 89/542/EØF.

Der er tilføjet en ny bestemmelse, der forpligter fabrikanterne af vaske- og rengøringsmidler til at stille en fuldstændig fortegnelse over vaske- og rengøringsmidlernes indholdsstoffer til rådighed for ansatte i sundhedssektoren og til at bistå dem med at undersøge, hvorvidt der er en årsagssammenhæng mellem udviklingen af en allergisk reaktion og eksponering for et bestemt kemisk stof.

Artikel 12 – Udvalgsprocedure

Der foreslås en forskriftsudvalgsprocedure som fastlagt i afgørelse 1999/468/EF.

Artikel 13 – Ændring af bilagene

Det foreslås, at ændringer af bilag I til IX sker efter udvalgsproceduren, da disse vedrører videnskabelige og tekniske spørgsmål og ikke berører det grundlæggende hierarki, der er fastlagt i selve forordningen.

Udvalgsproceduren bør også anvendes på artikel 4, 5, 7, 8 og 13, som vedrører markedsføring af stoffer og præparater.

Artikel 14 – Klausul vedrørende fri bevægelighed

Denne artikel supplerer udtrykkeligt bestemmelserne om begrænsning af markedsføringen og omfatter de stoffer og præparater, som falder ind under forordningens bestemmelser.

Artikel 15 – Sikkerhedsklausul

Selv om det konstateres, at et stof er let bionedbrydeligt, kan der godt opstå betænkeligheder med hensyn til nedbrydningsprodukterne og bionedbrydningshastighederne i forbindelse med bestemte anvendelsesformål, navnlig ved stor indstrømning i økosystemer.

Artikel 16 – Retsforskrifter, der skal erstattes

I denne artikel fastsættes, hvilke direktiver der afløses af denne forordning, som dækker de relevante bestemmelser i direktiverne.

Artikel 17 – Sanktioner ved manglende overholdelse af forordningen

I henhold til denne artikel skal medlemsstaterne indføre sanktioner for manglende overholdelse af forordningens bestemmelser.

Bilag I – Produkter, der falder ind under begrebet vaske- og rengøringsmidler

Bilag I indeholder en liste over de produkter, der indeholder sæbe eller andre overfladeaktive stoffer, og som er omfattet af den nye definition af vaske- og rengøringsmidler i artikel 2, og indeholder også en definition af dem.

Bilag II – Test for primær bionedbrydelighed

I dette bilag fastsættes det, hvilke testsystemer og analysemetoder der skal anvendes til bedømmelse af anioniske, nonioniske, kationiske og amfotere overfladeaktive stoffers primære bionedbrydelighed.

De vigtigste ændringer i forhold til den gældende lovgivning er, at kationiske og amfotere overfladeaktive stoffer skal være omfattet for første gang, og at de anioniske og nonioniske overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på test i den gældende lovgivning, også skal være omfattet. Der kræves brug af instrumentelle metoder for de overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på semispecifikke metoder, således at alle overfladeaktive stoffer er omfattet.

Disse test bliver relevante i tilfælde af negativt resultat ved testene for fuldstændig bionedbrydelighed i bilag III, og hvert enkelt tilfælde vil blive behandlet af udvalget. Man har anset det for at være bedst at bibeholde det nuværende valg af test for primær bionedbrydelighed, men der anføres referencemetoder for de tilfælde, hvor der er uoverensstemmelse mellem medlemsstaternes resultater. Disse test er også nødvendige til beregning af den forventede miljøkoncentration af moderstoffet ved risikovurderingen.

Bilag III – Test for fuldstændig bionedbrydelighed

Den foreslåede metode bygger på bilag V, punkt C.4 (bestemmelse af let bionedbrydelighed), til direktiv 67/548/EØF.

Der er imidlertid taget hensyn til, at den af ISO udviklede test, der er valgt til referenceformål, skal tilpasses den videnskabelige udvikling.

Nogle test, der generelt ikke anses for velegnede til overfladeaktive stoffer, må kun benyttes, hvis der efter udvalgsproceduren gives specifik tilladelse hertil.

Det er ved en undersøgelse, der blev foretaget af WRC i maj 1999 (Surfactant Ring Test-I) konkluderet, at forudgående eksponering af slam for et overfladeaktivt stof i en SCAS-enhed i syv dage inden test af det overfladeaktive stof ved headspace-metoden ikke havde en ensartet effekt på bionedbrydningen og dens variation, selv om nedbrydningsgraden generelt blev forøget. Når resultaterne fra alle laboratorier desuden tages i betragtning, er det ikke umagen værd at benytte denne forholdsvis svage forudgående eksponering, da den kræver en del arbejde i forhold til det beskedne udbytte.

Det foreslåede bilag III er ligeledes i fuld overensstemmelse med henstillingerne i udtalelsen fra CSTEE, som kan sammenfattes således:

1. De foreslåede test for fuldstændig bionedbrydelighed er en forbedring i forhold til primær bionedbrydelighed.
2. Metoderne ISO-headspace, OECD 301 B¹ og OECD 301 D² er velegnede, men de to OECD-metoder har en noget begrænset anvendelighed.
3. Metoderne OECD 301 A³, OECD 301 C⁴, OECD 301 E⁵ og OECD 301 F⁶ er mindre velegnede end de ovennævnte.

¹ Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.C.

² Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.E.

4. Præadaptation anses ikke for ønskelig.
5. Et ti-dages-vindue anses ikke for ønskeligt.

Testmetoderne i bilag III er derfor de bedste af de eksisterende standardiserede testmetoder for fuldstændig bionedbrydelighed. De er også mere krævende end dem, der i den gældende EU-lovgivning anvendes for primær bionedbrydelighed. Det skønnes, at 3 % af de overfladeaktive stoffer, som kan bestå testen for primær bionedbrydelighed i henhold til den gældende EU-lovgivning, ikke ville bestå testen for fuldstændig bionedbrydelighed i bilag III. Ud over at være strengere end den eksisterende test dækker den nye test også et betydeligt markedssegment bestående af kationiske og amfotere overfladeaktive stoffer, der udgør omkring 10 % af alle overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, og som ikke var omfattet af de eksisterende test.

Bilag IV – Supplerende risikovurdering

I dette bilag fastsættes, hvilke supplerende oplysninger der skal forelægges for stoffer, der ikke består test i bilag III, men som består test i bilag II, og som der ansøges om dispensation for i henhold til artikel 3, stk. 3.

Der er i Rådets forordning (EØF) nr. 793/93 om vurdering af og kontrol med risikoen ved eksisterende stoffer fastsat detaljerede bestemmelser om indsamling og udbredelse af samt adgang til oplysninger om eksisterende stoffer og om vurdering af risikoen ved eksisterende stoffer for mennesker og for miljøet med sigte på at muliggøre en bedre styring af denne risiko inden for rammerne af gældende fællesskabsbestemmelser.

En risikovurdering af nye stoffer inden markedsføringen efter aftalte procedurer er en anden type planlagt vurdering. En sådan vurdering og behørig anmeldelse til de kompetente myndigheder inden markedsføringen af kemiske stoffer kræves i henhold til direktiv 92/32/EØF om syvende ændring af direktiv 67/548/EØF om tilnærmelse af lovgivning om klassificering, emballering og etikettering af farlige stoffer. Plantebeskyttelsesmidler og andre biocider skal også gennemgå en grundig risikovurdering, inden der kan gives markedsføringstilladelse til dem.

Ideen er her at indføre en supplerende ad hoc-vurdering, der ikke skal være helt parallel med risikovurderingen i de to ovennævnte retsakter. Den supplerende risikovurdering har i stedet til formål at bedømme, hvorfor første fase har givet negativt testresultat, og om markedsføring kan tillades, hvis kravet om primær bionedbrydelighed er opfyldt.

Det må tages i betragtning, at denne fremgangsmåde under alle omstændigheder skal anvendes på stoffer, der er omfattet af den kommende forordning om vaske- og rengøringsmidler, når det er fastsat deri.

Det må tages i betragtning, at vaske- og rengøringsmidler og indholdsstofferne i disse også er omfattet af hele den horisontale lovgivning om stoffer og præparater og de dertil hørende risikovurderinger.

³ Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.A.

⁴ Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.F.

⁵ Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.B.

⁶ Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, C.4.D.

I forlængelse heraf har man valgt at koncentrere sig om de elementer, der kan bidrage til bedømmelsen af, om det negative resultat ved testen for let bionedbrydelighed er et falsk negativt resultat, og om at fremlægge en række andre elementer, der anses for at være vigtige for en bedømmelse af det pågældende overfladeaktive stofs og dets nedbrydningsprodukters indvirkning på miljøet.

Der er taget hensyn til henstillingerne i CSTEE's udtalelse, idet der i risikovurderingen skal lægges vægt på mulige metabolitter, og idet der kræves oplysninger om toksiciteten af disse metabolitter og om deres potentiale for biokoncentrering og deres fordeling til sedimentfasen. Det understreges, at hvis der dannes vanskeligt nedbrydelige metabolitter, bør der gennemføres en risikovurdering i henhold til den relevante EU-lovgivning om farlige stoffer og de dertil knyttede tekniske vejledninger. Endvidere anbefales det, hvis nogle af metabolitterne mistænkes for at have endokrinafbrydende virkning, at fremskaffe data om denne særlige risiko, så snart der foreligger validerede test til vurdering af sådanne virkninger.

Bilag V – Liste over dispensationer

Denne liste indeholder alle overfladeaktive stoffer, der har opnået dispensation.

Bilag VI – Liste over overfladeaktive stoffer, hvis anvendelse er forbudt eller begrænset i henhold til denne forordning

Listen indeholder alle overfladeaktive stoffer, som ikke opfylder forordningens bestemmelser, eller hvis anvendelse er begrænset som følge af forordningen.

Bilag VII – Liste over stoffer, der er forbudt i henhold til anden fællesskabslovgivning

Listen indeholder overfladeaktive stoffer, der er omfattet af denne forordning, og hvis anvendelse er forbudt eller begrænset i henhold til anden fællesskabslovgivning, navnlig direktiv 76/769/EØF.

Bilag VIII – Mærkning og datablad for indholdsstoffer

Dette bilag beskriver, hvordan emballage til vaske- og rengøringsmidler skal mærkes om visse indholdsstoffer, om den anbefalede vaskemiddelmængde til en standardvaskemaskinfuld og om antal standardvaskemaskinfulde, der kan vaskes med indholdet af pakningen. Bilaget foreskriver også, hvilket format der skal anvendes ved opførelsen af indholdsstofferne på databladet til ansatte i sundhedssektoren.

Bilag IX – Liste over test- og analysemetoder

Listen indeholder de test- og analysemetoder, som skal anvendes ved medlemsstaternes kontrol af vaske- og rengøringsmidler på markedet; listen har været indeholdt i bilagene til den eksisterende lovgivning om vaske- og rengøringsmidler.

Forslag til

EUROPA-PARLAMENTETS OG RÅDETS FORORDNING

om vaske- og rengøringsmidler

(EØS-relevant tekst)

EUROPA-PARLAMENTET OG RÅDET FOR DEN EUROPÆISKE UNION HAR -

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab, særlig artikel 95,

under henvisning til forslag fra Kommissionen ⁷,

under henvisning til udtalelse fra Det Økonomiske og Sociale Udvalg ⁸,

efter proceduren i traktatens artikel 251 ⁹, og

ud fra følgende betragtninger:

- (1) Rådets direktiv 73/404/EØF af 22. november 1973 om harmonisering af medlemsstaternes lovgivning om vaske- og rengøringsmidler ¹⁰, senest ændret ved Rådets direktiv 86/94/EØF ¹¹, Rådets direktiv 73/405/EØF af 22. november 1973 om harmonisering af medlemsstaternes lovgivning om kontrolmetoderne for de anionaktive stoffers biologiske nedbrydningsevne ¹², senest ændret ved Rådets direktiv 82/243/EØF ¹³, og Rådets direktiv 82/242/EØF af 31. marts 1982 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om kontrolmetoderne for nonioniske overfladeaktive stoffers biologiske nedbrydelighed og om ændring af direktiv 73/404/EØF ¹⁴ bør af klarheds- og effektivitetshensyn moderniseres og erstattes af en enkelt tekst; der bør desuden indføres mærkningsbestemmelser vedrørende vaske- og rengøringsmidler som anført i Kommissionens henstilling 89/542/EØF af 13. september 1989 om mærkning af vaske- og rengøringsmidler. ¹⁵
- (2) I overensstemmelse med subsidiaritets- og proportionalitetsprincippet, jf. traktatens artikel 5, kan målene for denne forordning, nemlig at sikre et indre marked for vaske- og rengøringsmidler, ikke opfyldes af medlemsstaterne enkeltvis, hvis der ikke findes fælles tekniske kriterier for hele Fællesskabet, og de kan derfor bedre gennemføres på

⁷ EFT C ... af ..., s. .

⁸ EFT C ... af ..., s. .

⁹ Europa-Parlamentets udtalelse af
¹⁰ EFT L 347 af 17.12.1973, s. 51.

¹¹ EFT L 80 af 25.3.1986, s. 51.

¹² EFT L 347 af 17.12.1973, s. 53.

¹³ EFT L 109 af 22.4.1982, s. 18.

¹⁴ EFT L 109 af 22.4.1982, s. 1.

¹⁵ EFT L 291 af 10.10.1989, s. 55.

fællesskabsplan; foranstaltningen bør begrænses til det absolut nødvendige for at opfylde disse mål og bør ikke gå ud over, hvad der er nødvendigt for at nå disse mål; en forordning er den mest hensigtsmæssige retsakt, da den direkte pålægger fabrikanterne præcise krav, der skal gennemføres samtidigt og på samme måde i hele Fællesskabet; når der er tale om tekniske retsfor skrifter, er det nødvendigt med ensartet anvendelse i medlemsstaterne, og kun en forordning kan garantere dette.

- (3) Der er behov for en ny definition af vaske- og rengøringsmidler for at dække tilsvarende anvendelsesformål og for at være på linje med udviklingen på medlemsstatsplan.
- (4) Det er nødvendigt at indføre en definition af overfladeaktive stoffer, idet en sådan ikke findes i de eksisterende retsfor skrifter.
- (5) Det er vigtigt at give en klar og præcis beskrivelse af de relevante former for bionedbrydelighed.
- (6) Der bør indføres foranstaltninger vedrørende vaskemidler for at sikre, at det indre marked fungerer hensigtsmæssigt, og for at undgå konkurrencebegrænsninger i Fællesskabet.
- (7) Som bekræftet i *Kommissionens hvidbog om strategien for en ny kemikaliepolitik*¹⁶ bør disse foranstaltninger sikre et højt miljøbeskyttelsesniveau, navnlig hvad angår vandmiljøet.
- (8) Vaske- og rengøringsmidler er allerede omfattet af en række fællesskabsbestemmelser om fremstilling, passende håndtering, anvendelse og mærkning, særlig Kommissionens henstilling 89/542/EØF og Kommissionens henstilling 98/480/EF af 22. juli 1998 om god miljøpraksis for vaske- og rengøringsmidler¹⁷; Europa-Parlamentets og Rådets direktiv 1999/45/EF af 31. maj 1999 om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes love og administrative bestemmelser om klassificering, emballering og etikettering af farlige præparater¹⁸ finder også anvendelse på vaske- og rengøringsmidler.
- (9) Bis(hydrogeneret talgalkyl)dimenthylammoniumchlorid (DTDMAC) og nonylphenol (herunder ethoxylater (APE)) er højt prioriterede stoffer, der er underkastet risikovurdering på fællesskabsniveau i overensstemmelse med Rådets forordning (EØF) nr. 793/93 af 23. marts 1993 om vurdering af og kontrol med risikoen ved eksisterende stoffer¹⁹, og om nødvendigt vil der som led i andre relevante EF-instrumenter blive anbefalet og gennemført passende strategier til begrænsning af risikoen for eksponering for disse stoffer.
- (10) De eksisterende retsfor skrifter om bionedbrydelighed af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler omfatter kun primær bionedbrydelighed²⁰ og gælder kun

¹⁶ KOM(2001) 88 endelig.

¹⁷ EFT L 215 af 1.8.1998, s. 73.

¹⁸ EFT L 200 af 30.7.1999, s. 1.

¹⁹ EFT L 84 af 5.4.1993, s. 1.

²⁰ Rådets direktiv 73/404/EØF (EFT L 347 af 17.12.1973, s. 51) og Rådets direktiv 86/94/EØF (EFT L 80 af 25.3.1986, s. 51).

anioniske²¹ og nonioniske²² overfladeaktive stoffer; disse retsfor skrifter bør derfor erstattes med nye retsfor skrifter, hvor hovedvægten lægges på fuldstændig bionedbrydelighed, og som tager højde for de væsentlige betænkeligheder med hensyn til persistente metabolitters potentielle toksicitet.

- (11) Dette kræver indførelse af et nyt sæt test baseret på EN ISO-standarder og OECD-retningslinjer, som er direkte afgørende for tilladelsen til at markedsføre vaske- og rengøringsmidler.
- (12) For at give et højt miljøbeskyttelsesniveau må vaske- og rengøringsmidler, der ikke opfylder kravene i denne forordning, ikke markedsføres.
- (13) Den 25. november 1999 afgav Den Videnskabelige Komité for Toksicitet, Økotoksicitet og Miljø udtalelse om bionedbrydeligheden af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler og relevante testmetoder til kontrol på dette område.
- (14) Der skal holdes fast ved de eksisterende krav til primær bionedbrydelighed på et nyt trin for de overfladeaktive stoffer, der ikke består testene for fuldstændig nedbrydelighed; desuden kan overfladeaktive stoffer, der ikke består test for primær bionedbrydelighed, ikke ved dispensation få markedsføringstilladelse.
- (15) Kravene til primær bionedbrydelighed bør udvides til at omfatte alle overfladeaktive stoffer, navnlig kationiske og amfotere, samtidig med at der gives mulighed for at anvende instrumentelle analyser i de tilfælde, hvor semispecifikke analysemetoder ikke er egnede.
- (16) Fastlæggelsen af testmetoder til bestemmelse af bionedbrydeligheden, fastsættelsen af dispensationskriterier og føring af lister over dispensationer er tekniske spørgsmål, som skal ajourføres under hensyn til den tekniske og videnskabelige udvikling og ændringer i lovgivningen.
- (17) Testmetoderne bør resultere i data, der giver tilstrækkelig sikkerhed for aerob bionedbrydelighed af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler.
- (18) Metoder til testning af bionedbrydeligheden af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler kan give variable resultater, og det kan være nødvendigt at supplere dem med yderligere vurderinger for at bestemme farerne ved vedvarende anvendelse.
- (19) Der bør også fastsættes bestemmelser for markedsføring i ekstraordinære tilfælde af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, der ikke består test for fuldstændig bionedbrydelighed, og dette bør finde sted fra sag til sag på grundlag af alle relevante oplysninger under hensyn til miljøbeskyttelsen.
- (20) Da gennemførelsesforanstaltningerne til denne forordning er generelle foranstaltninger, jf. artikel 2 i Rådets afgørelse 1999/468/EF af 28. juni 1999 om fastsættelse af de nærmere vilkår for udøvelsen af de gennemførelsesbeføjelser, der

²¹ Rådets direktiv 73/405/EØF (EFT L 347 af 17.12.1973, s. 53) og Rådets direktiv 82/243/EØF (EFT L 109 af 22.4.1982, s. 18).

²² Rådets direktiv 82/242/EØF (EFT L 109 af 22.4.1982, s. 1).

tillægges Kommissionen²³, bør de vedtages efter forskriftsproceduren i artikel 5 i nævnte afgørelse.

- (21) Det er hensigtsmæssigt at henvise til andre tværgående retsforskrifter om overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, navnlig Rådets direktiv 76/769/EØF af 27. juli 1976, i henhold til hvilket markedsføring og anvendelse af farlige stoffer omfattet af denne forordning kan forbydes eller begrænses²⁴, Rådets direktiv 67/548/EØF af 27. juni 1967 om tilnærmelse af lovgivning om klassificering, emballering og etikettering af farlige stoffer²⁵, Kommissionens direktiv 93/67/EØF af 20. juli 1993 om fastsættelse af principperne for vurderingen af risikoen for mennesker og miljøet ved stoffer, der anmeldes i overensstemmelse med Rådets direktiv 67/548/EØF²⁶, eller forordning (EØF) nr. 793/93 og Kommissionens forordning (EF) nr. 1488/94 af 28. juni 1994 om principperne for vurdering af risikoen for mennesker og miljø ved eksisterende stoffer²⁷.
- (22) Fabrikanterne bør have ansvaret for at afstå fra markedsføring af vaske- og rengøringsmidler, der ikke opfylder bestemmelserne i denne forordning, og for at stille den tekniske dokumentation for alle stoffer og præparater, der er omfattet af denne forordning, til rådighed for de nationale myndigheder; dette bør også gælde overfladeaktive stoffer, som ikke har bestået de i bilag III omhandlede test.
- (23) Fabrikanterne bør kunne anmode om dispensation, og Kommissionen bør have mulighed for at give en sådan dispensation efter udvalgsproceduren i denne forordning.
- (24) Medlemsstaternes kompetente myndigheder bør kunne anvende kontrolforanstaltninger på vaske- og rengøringsmidler på markedet, men bør undgå at gentage test udført af de kompetente laboratorier.
- (25) Mærkningsbestemmelserne bør videreføres, herunder bestemmelserne i henstilling 89/542/EØF om mærkning af vaske- og rengøringsmidler, som indgår med henblik på den fastsatte målsætning, nemlig at modernisere bestemmelserne om vaske- og rengøringsmidler. Der indføres særlig mærkning for at orientere forbrugerne om parfumestoffer og konserveringsmidler i vaske- og rengøringsmidler. Ansatte i sundhedssektoren bør efter anmodning kunne få en fuldstændig fortegnelse fra fabrikanten over alle indholdsstofferne i et vaske- og rengøringsmiddel, således at de kan undersøge, om der er en årsagssammenhæng mellem udvikling af en allergisk reaktion og eksponering for et bestemt kemisk stof.
- (26) Alle ovennævnte punkter nødvendiggør nye retsforskrifter til erstatning af de eksisterende retsforskrifter; i en periode på ikke over atten måneder kan medlemsstaterne dog fortsætte med at anvende deres eksisterende retsforskrifter.
- (27) De tekniske bilag til denne forordning skal tilpasses efter udvalgsproceduren.

²³ EFT L 184 af 17.7.1999, s. 23.

²⁴ EFT L 262 af 27.9.1976, s. 201.

²⁵ EFT L 196 af 16.8.1967, s. 1.

²⁶ EFT L 227 af 8.9.1993, s. 9.

²⁷ EFT L 161 af 29.6.1994, s. 3.

- (28) Vaske- og rengøringsmidler, der opfylder kravene i denne forordning, bør kunne markedsføres, medmindre andet er fastsat i andre relevante fællesskabsbestemmelser.
- (29) Af hensyn til beskyttelsen af menneskers sundhed og miljøet mod uforudsete risici ved vaske- og rengøringsmidler er der behov for en sikkerhedsklausul.
- (30) Testene for overfladeaktive stoffers bionedbrydelighed bør gennemføres i laboratorier, der opfylder en internationalt anerkendt standard, nærmere bestemt EN/ISO/IEC/17025; det vil ikke være rimeligt at kræve opfyldelse af dette krav for eksisterende overfladeaktive stoffer, i det omfang de gennemførte test af disse er foretaget, før ovennævnte standard trådte i kraft, og stadig giver et sammenligneligt videnskabeligt kvalitetsniveau.
- (31) Spørgsmålene vedrørende anaerob bionedbrydelighed, bionedbrydeligheden af de vigtigste organiske indholdsstoffer i vaske- og rengøringsmidler, der ikke er overfladeaktive stoffer, og fosfatindhold bør tages op igen af Kommissionen, og om nødvendigt bør der forelægges et forslag herom for Europa-Parlamentet og Rådet.
- (32) De fem direktiver og den kommissionshenstilling, der er nævnt i betragtning 1, og som denne forordning erstatter, bør ophæves -

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

Mål- og anvendelsesområde

1. I denne forordning fastsættes der bestemmelser, der skal sikre fri bevægelighed for vaske- og rengøringsmidler og overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler i det indre marked, samtidig med at der sikres et højt miljøbeskyttelsesniveau.
2. Med henblik herpå fastsættes der i forordningen bestemmelser om:
 - bionedbrydeligheden af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler og
 - mærkning af vaske- og rengøringsmidler.

Artikel 2

Definitioner

I denne forordning forstås ved:

1. "Vaske- og rengøringsmiddel": ethvert stof eller præparat, der indeholder sæbe eller andre overfladeaktive stoffer, og som er beregnet til vask under anvendelse af vand. Vaske- og rengøringsmidler kan foreligge i en hvilken som helst form (flydende, i pulver- eller pastaform eller i form af stænger, blokke, støbte stykker, figurer osv.) og anvendes til husholdningsformål og/eller erhvervmæssige formål. Andre produkter, der anses for at være omfattet af denne definition, er anført i bilag I, punkt A.
2. "Vask": vask af vasketøj, tekstiler, service eller køkkentøj.

3. "Rengøring": som defineret i EN ISO 862.
4. "Stof": grundstoffer og forbindelser heraf, naturlige eller industrielt fremstillede, indeholdende sådanne tilsætningsstoffer, som er nødvendige til bevarelse af stoffets stabilitet, og sådanne urenheder, som følger af den anvendte fremstillingsproces, bortset fra opløsningsmidler, som kan udskilles, uden at det påvirker stoffets stabilitet eller ændrer dets sammensætning.
5. "Præparat": blandinger eller opløsninger, der er sammensat af to eller flere stoffer.
6. "Overfladeaktivt stof": ethvert organisk stof og/eller præparat, der anvendes i vaske- og rengøringsmidler, og som er tilsat med henblik på rengøring, skylning, blødgøring og/eller et hvilket som helst andet formål på grund af dets overfladeaktive egenskaber, og som består af en eller flere hydrofile og en eller flere hydrofobe grupper af en sådan art og størrelse, at det kan danne miceller.
7. "Primær bionedbrydning": strukturel ændring (transformation) af et overfladeaktivt stof ved hjælp af mikroorganismer, som medfører tab af stoffets overfladeaktive egenskaber som følge af nedbrydning af moderstoffet og dermed tab af de overfladeaktive egenskaber som målt ved de testmetoder, der er opregnet i bilag II.
8. "Fuldstændig aerob bionedbrydning": det bionedbrydningsniveau, der opnås, når det overfladeaktive stof anvendes totalt af mikroorganismer under iltholdige forhold, således at det nedbrydes til kuldioxid, vand og mineralsalte af andre tilstedeværende grundstoffer (mineralisering) som målt ved de testmetoder, der er opregnet i bilag III, og nye mikrobielle cellebestanddele (biomasse).
9. "Markedsføring": indførelse på fællesskabsmarkedet og dermed stillen til rådighed for tredjemand mod betaling eller vederlagsfrit. Indførsel i Fællesskabets toldområde betragtes som markedsføring.
10. "Fabrikant": den fysiske eller juridiske person (herunder importører), der markedsfører et vaske- og rengøringsmiddel og/eller et overfladeaktivt stof til vaske- og rengøringsmidler.

Artikel 3 **Markedsføring**

1. De vaske- og rengøringsmidler og overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler, der er omhandlet i artikel 1, skal opfylde de krav, karakteristika og begrænsninger, der er fastsat i denne forordning og bilagene hertil, når de markedsføres i Fællesskabet.
2. Fabrikanter af vaske- og rengøringsmidler og/eller af overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler skal være etableret inden for Fællesskabet.
3. Fabrikanterne er ansvarlige for, at vaske- og rengøringsmidler og overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler er i overensstemmelse med bestemmelserne i denne forordning og bilagene hertil.

Artikel 4
Begrænsninger for markedsføringen

1. Hvis et vaske- og rengøringsmiddel indeholder overfladeaktive stoffer, hvis niveau for fuldstændig aerob bionedbrydning er lavere end fastsat i bilag III, kan fabrikanterne af sådanne vaske- og rengøringsmidler, der indeholder overfladeaktive stoffer, og/eller af overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler anmode om dispensation. Anmodninger om dispensation skal indgives i overensstemmelse med bestemmelserne i artikel 5 og 9.
2. Niveaue for primær bionedbrydelighed måles for alle overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, der ikke består test for fuldstændig aerob bionedbrydning. Der gives ikke dispensation for sådanne overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler, for hvilke niveaue for primær bionedbrydelighed er lavere end fastsat i bilag II.

Artikel 5
Dispensation

1. Fabrikanten, der ønsker dispensation, sender en ansøgning til de pågældende kompetente myndigheder i medlemsstaten, jf. artikel 8, stk. 1, og til Kommissionen indeholdende dokumentation vedrørende de i artikel 6, stk. 1, omhandlede kriterier.
2. Ansøgninger skal indeholde teknisk dokumentation med samtlige de oplysninger og begrundelser, der er nødvendige for at vurdere sikkerhedsaspekterne ved anvendelse af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, der ikke overholder bionedbrydelighedsgrænserne som fastsat i bilag II og III.

Ud over resultaterne af de test, der er omhandlet i bilag III, skal den tekniske dokumentation indeholde resultater af test som omhandlet i bilag II og IV.

3. De kompetente myndigheder i medlemsstaterne skal ved modtagelsen af ansøgninger om dispensation i henhold til stk. 1 og 2 straks gennemgå ansøgningerne, vurdere, om de opfylder kravene til dispensation, og informere Kommissionen om resultaterne.

Hvis medlemsstatens kompetente myndighed finder det nødvendigt af hensyn til vurderingen af den risiko, som et stof og/eller et præparat kan indebære, kan den anmode om yderligere oplysninger, verifikations- og/eller kontroltest af disse stoffer og/eller præparater eller deres omdannelsesprodukter, som de er blevet underrettet om eller har modtaget information om i henhold til denne forordning.

4. Kommissionen kan give dispensation efter proceduren i artikel 12, stk. 2. Før der gives dispensation, kan Kommissionen om nødvendigt foretage en yderligere evaluering af de forhold, der er omhandlet i stk. 3.
5. Sådanne dispensationer kan indebære tilladelse eller begrænsning af eller strenge restriktioner for markedsføringen og anvendelsen af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, afhængigt af resultaterne af den supplerende risikovurdering, jf. bilag IV til denne forordning. De kan inkludere en udfasningsperiode for markedsføringen og anvendelsen af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler.

6. Kommissionen offentliggør listen over de overfladeaktive stoffer, for hvilke der er blevet givet dispensation, med angivelse af betingelser eller begrænsninger for anvendelsen, jf. bilag V.

Artikel 6

Afslag på dispensation

1. Kommissionen kan give afslag på dispensation på grundlag af følgende kriterier:
 - anvendelse i store mængder
 - bred anvendelse, f.eks. af private, frem for snæver anvendelse, f.eks. specialiseret erhvervsmæssig rengøring
 - de socioøkonomiske fordele opvejer ikke virkningerne på menneskers sundhed og miljøet.
2. Så længe Kommissionen ikke har taget stilling til en ansøgning om dispensation, kan det pågældende overfladeaktive stof stadig bruges, forudsat at fabrikanten kan dokumentere, at det overfladeaktive stof allerede blev anvendt på Fællesskabets marked på tidspunktet for denne forordnings ikrafttræden, og at ansøgningen om dispensation blev indgivet inden to år fra denne dato. Hvis Kommissionen afviser at give dispensation for et overfladeaktivt stof, kan den fastsætte en overgangsperiode, i hvilken det pågældende overfladeaktive stof skal udfases. Denne overgangsperiode kan ikke overstige to år.

Artikel 7

Test af overfladeaktive stoffer og fortegnelse over overfladeaktive stoffer, som er forbudt, eller hvis anvendelse er begrænset

1. Alle test, der er omhandlet i artikel 3 og 4 og i bilag II, III, IV og IX, skal foretages i overensstemmelse med den standard, der er omhandlet i bilag I, punkt B, nr. 1. Hvis der er tale om overfladeaktive stoffer, der anvendes i vaske- og rengøringsmidler, som blev markedsført før ovennævnte standards ikrafttræden, kan eksisterende test, som er udført under anvendelse af den bedste tilgængelige videnskabelige viden, og som er gennemført i henhold til en standard, der kan sammenlignes med den i bilag 1, punkt B, nr. 1, omhandlede standard, accepteres fra sag til sag. Fabrikanten eller medlemsstaten kan forelægge Kommissionen enhver sag, som der er tvivl eller uenighed om. Der vil herefter blive truffet afgørelse efter proceduren i artikel 12, stk. 2.
2. Overfladeaktive stoffer, som er forbudt, eller hvis anvendelse er begrænset, fordi de ikke opfylder bestemmelserne i denne forordning, er opført i bilag VI.
3. Anvendelse af overfladeaktive stoffer, der er opregnet i bilag VII, er desuden forbudt eller begrænset i vaske- og rengøringsmidler ifølge anden fællesskabslovgivning, navnlig direktiv 76/769/EØF, uafhængigt af resultaterne af de test, der er omhandlet i bilag II, III, og IV.

Artikel 8
Medlemsstaternes pligter

1. Medlemsstaterne udpeger den eller de myndigheder, der er ansvarlige for at meddele og udveksle oplysninger om forvaltningen af denne forordning, og underretter Kommissionen om disse myndigheders navn og fuldstændige adresse.
2. Hver medlemsstat meddeler de andre medlemsstater og Kommissionen listen over godkendte laboratorier, herunder deres fulde navn og adresse, som er kompetente og godkendt til at udføre de test, der kræves i henhold til denne forordning og bilagene hertil. Medlemsstaterne dokumenterer disse laboratoriers kompetence i henhold til de standarder, der er omhandlet i bilag I, punkt B.
3. Hvis en medlemsstats kompetente myndighed har grund til at antage, at et godkendt laboratorium ikke har den kompetence, der er omhandlet i stk. 2, rejser den spørgsmålet i det i artikel 12 omhandlede udvalg. Hvis Kommissionen vurderer, at laboratoriet ikke har den krævede kompetence som omhandlet i stk. 2, fjernes navnet på det godkendte laboratorium fra den i stk. 4 omhandlede liste. Artikel 15, stk. 2, finder anvendelse.
4. Kommissionen offentliggør listen over kompetente myndigheder, jf. stk. 1, og godkendte laboratorier, jf. stk. 2, i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Artikel 9
Fabrikanternes pligter

1. Fabrikanter, der markedsfører de præparater og/eller stoffer, der er omfattet af denne forordning, stiller følgende til rådighed for medlemsstaternes kompetente myndigheder:
 - oplysninger om et eller flere resultater af de test, der er omhandlet i bilag III
 - for de overfladeaktive stoffer, der ikke har bestået de i bilag III omhandlede test, og for hvilke der er indgivet ansøgning om dispensation, jf. artikel 5:
 - i) teknisk dokumentation om testresultater som fastlagt i bilag II
 - ii) teknisk dokumentation om testresultater som fastlagt i bilag IV.
2. Når stoffer og præparater, der er omfattet af denne forordning, markedsføres, er fabrikanten ansvarlig for korrekt gennemførelse af de relevante test som anført ovenfor. Han skal også råde over dokumentation om de gennemførte test som belæg for, at forordningens krav er opfyldt, og for, at han har lov til at udnytte ejendomsretten til de testresultater, der ikke allerede er offentligt tilgængelige.
3. Fabrikanter, der markedsfører præparater omfattet af denne forordning, skal efter anmodning uden ophold og gratis stille et datablad med alle indholdsstofferne som anført i bilag VIII, punkt C, til rådighed for ansatte i sundhedssektoren.

Artikel 10
Kontrolforanstaltninger

1. Medlemsstaternes kompetente myndigheder kan, når det er hensigtsmæssigt, anvende kontrolforanstaltninger for vaske- og rengøringsmidler på markedet under anvendelse af de test- og analysemetoder, der er omhandlet i bilag IX. Disse kontrolforanstaltninger forpligter ikke fabrikanter til at gentage test udført af laboratorier, der opfylder betingelserne i artikel 8, stk. 2, eller til at betale for gentagelse af test eller yderligere test, forudsat at den oprindelige test har vist, at vaske- og rengøringsmidlerne eller de overfladeaktive stoffer, der er anvendt i vaske- og rengøringsmidlerne, er i overensstemmelse med bestemmelserne i denne forordning.
2. Hvis der er tvivl om, hvorvidt testmetoderne i bilag II, III, IV eller IX har givet falske positive resultater, meddeler medlemsstatens kompetente myndigheder Kommissionen dette, og Kommissionen kan i overensstemmelse med proceduren i artikel 12, stk. 2, kontrollere disse resultater og træffe de nødvendige foranstaltninger.

Artikel 11
Mærkning

1. Bestemmelserne i denne artikel berører ikke bestemmelserne om klassificering, emballering og mærkning af farlige stoffer og præparater i direktiv 67/548/EØF og direktiv 1999/45/EF om indbyrdes tilnærmelse af medlemsstaternes love og administrative bestemmelser om klassificering, emballering og etikettering af farlige præparater.
2. Følgende angivelser skal figurere på den emballage, hvori vaske- og rengøringsmidler præsenteres for forbrugeren, med læselige, synlige og uforgængelige typer:
 - a) produktets navn
 - b) navn eller firmanavn og adresse eller varemærke tilhørende den ansvarlige for markedsføringen
 - c) den adresse, hvor det i artikel 9, stk. 3, omhandlede datablad kan rekvireres.

Samme angivelser skal figurere på de dokumenter, der ledsager vaske- og rengøringsmidler, der transporteres i løs vægt.

3. På vaske- og rengøringsmidlers emballage skal være anført indholdet i overensstemmelse med specifikationerne i bilag VIII, punkt A.
4. Desuden skal vaske- og rengøringsmidlers emballage, når disse sælges til private med henblik på vask af tekstiler, være forsynet med de angivelser, der er omhandlet i bilag VIII, punkt B.
5. Hvis en medlemsstat har et nationalt krav om, at mærkningen skal være affattet på de(t) nationale sprog, skal den give Kommissionen meddelelse herom, og fabrikanten skal opfylde dette krav med hensyn til de angivelser, der er omhandlet i stk. 3 og 4.

Artikel 12
Udvalgsprocedure

1. Kommissionen bistås af et udvalg, der består af repræsentanter for medlemsstaterne, og som har Kommissionens repræsentant som formand.
2. Når der henvises til dette stykke, anvendes artikel 5 og 7 i afgørelse 1999/468/EF i overensstemmelse med samme afgørelses artikel 8.
3. Det tidsrum, der nævnes in artikel 5, stk. 6, i afgørelse 1999/468/EF, fastsættes til tre måneder.
4. Udvalget vedtager selv sin forretningsorden.

Artikel 13
Ændring af bilagene

Ændringer, der er nødvendige for at tilpasse bilag I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII og IX, vedtages efter proceduren i artikel 12, stk. 2, og skal i videst muligt omfang følge europæiske standarder.

Artikel 14
Klausul vedrørende fri bevægelighed

Medlemsstaterne kan ikke forbyde, begrænse eller hindre markedsføring af vaske- og rengøringsmidler og/eller af overfladeaktive stoffer til vaske- og rengøringsmidler, der opfylder bestemmelserne i denne forordning.

Artikel 15
Beskyttelsesklausul

1. Såfremt en medlemsstat har berettigede grunde til at antage, at et bestemt vaske- og rengøringsmiddel, selv om det opfylder kravene i denne forordning, udgør en sikkerheds- eller sundhedsfare for mennesker eller dyr eller en risiko for miljøet, kan den midlertidigt forbyde markedsføringen af dette vaske- og rengøringsmiddel på sit område eller midlertidigt kræve særlige betingelser opfyldt herfor.

Den underretter omgående de øvrige medlemsstater og Kommissionen herom og begrundes sin afgørelse.

2. Efter høring af medlemsstaterne eller, hvis det er hensigtsmæssigt, af det relevante tekniske eller videnskabelige udvalg i Kommissionen, træffes der en afgørelse i sagen inden for en periode på halvfems dage efter proceduren i artikel 12, stk. 2.

Artikel 16
Retsforskrifter, der skal ophæves

1. Følgende direktiver ophæves med virkning fra denne forordnings ikrafttræden:
 - direktiv 73/404/EØF

- direktiv 73/405/EØF
 - direktiv 82/242/EØF
 - direktiv 82/243/EØF og
 - direktiv 86/94/EØF.
2. Henvisninger til disse direktiver skal betragtes som henvisninger til denne forordning.
 3. Henstilling 89/542/EØF om mærkning af vaske- og rengøringsmidler, der er omfattet af denne forordning, ophæves.

Artikel 17

Sanktioner ved overtrædelse af bestemmelserne

1. Senest på datoen for denne forordnings ikrafttræden indfører medlemsstaterne:
 - egnede lovgivningsmæssige eller administrative foranstaltninger med henblik på eventuelle overtrædelser af denne forordnings bestemmelser og
 - afskrækkende og effektive sanktioner, der står i et rimeligt forhold til overtrædelserne.
2. De underretter straks Kommissionen herom.

Artikel 18

Ikrafttræden

Denne forordning træder i kraft 18 måneder efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i

På Europa-Parlamentets vegne
Formand

På Rådets vegne
Formand

BILAG I

A. Liste over produkter, som falder ind under betegnelsen vaske- og rengøringsmiddel

Følgende produkter, der indeholder sæbe eller andre overfladeaktive stoffer, er også omfattet af definitionen på vaske- og rengøringsmiddel, jf. artikel 2, stk. 1:

- "Hjælpepræparat til vask": beregnet til iblødsætning (forvask), skylning eller blegning af beklædningsgenstande, linned osv.
- "Tekstilskyllemiddel": beregnet til at ændre stoffers berøringskarakteristik i processer, som supplerer tøjvask.
- "Rengøringsmiddel": beregnet til universalrengøring i husholdningen og/eller anden vandbaseret rengøring af overflader (f.eks. materialer, produkter, maskiner, apparater, transportmidler og udstyr hertil, instrumenter osv.).
- "Andre vaske- og rengøringsmidler": beregnet til andre former for vandbaserede processer.

B. Akkrediteringsstandarder vedrørende de laboratorier, som er kompetente og autoriseret til at levere de nødvendige tjenester til kontrol af, om EF vaske- og rengøringsmidler opfylder kravene i denne forordning og bilagene hertil

1. Standarder på laboratorieniveau:

EN ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.

2. Standarder på akkrediteringsorganniveau:

EN 45003, Calibration and testing laboratory accreditation system, general requirements for operation and recognition.

BILAG II

Testmetoder for primær bionedbrydelighed for overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler

Primær bionedbrydelighed måles ved i biologisk nedbrudte væsker at måle det resterende niveau af overfladeaktive moderstoffer. Dette bilag indeholder først en liste over de testmetoder, der er fælles for alle klasser af overfladeaktive stoffer, og under punkt A til D de analytiske testprocedurer, der er specifikke for hver type overfladeaktivt stof.

Niveauet for primær bionedbrydelighed skal være mindst 80 % efter nedenstående test.

Referencemetoderne for laboratorietest af overfladeaktive stoffer i denne forordning er baseret på kontroltestproceduren i OECD-metoden, jf. bilag IX, punkt 1. Ændringer til kontroltestproceduren kan accepteres, hvis de opfylder EN ISO 11733.

TESTMETODER

1. OECD-metoden, offentliggjort i OECD's tekniske rapport af 11. juni 1976 om "Proposed Method for the Determination of the Biodegradability of Surfactants in Synthetic Detergents".
2. Den metode, der anvendes i Frankrig, godkendt ved "arrêté du 24 décembre 1987", offentliggjort i *Journal officiel de la République française* af 30. december 1987, s. 15385, og ved standard NF 73-260 af juni 1981, offentliggjort af "Association française de normalisation" (AFNOR).
3. Den metode, der anvendes i Tyskland, fastlagt ved "Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln" af 30. januar 1977, offentliggjort i *Bundesgesetzblatt*, del I, s. 244, ændret ved "Verordnung" af 18. juni 1980, offentliggjort i *Bundesgesetzblatt*, del I, s. 706.
4. Den metode, der anvendes i Det Forenede Kongerige, benævnt "Porous Pot Test" og beskrevet i Technical Report No 70 (1978) fra Water Research Centre.
5. Kontroltestproceduren i OECD-metoden, beskrevet i bilag IX, punkt 1 (inkl. eventuelle ændringer i driftsbetingelserne som foreslået i EN ISO 11733). Det er også denne referencemetode, der skal anvendes ved bilæggelse af tvister.

A. Analysemetoder for anioniske overfladeaktive stoffer

Bestemmelsen af anioniske overfladeaktive stoffer i testene foretages ved hjælp af methylenblåt (MBAS) efter de kriterier, der er fastlagt i bilag IX, punkt 2.

For de anioniske overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på ovennævnte MBAS-metode, eller hvis det af hensyn til effektiviteten eller præcisionen forekommer mere hensigtsmæssigt (dette skal begrundes), anvendes der egnede instrumentelle analyser, som er specifikke for det overfladeaktive stof, der undersøges for. Fabrikanten skal efter anmodning stille prøver af det pågældende rene overfladeaktive stof til rådighed for medlemsstaternes kompetente myndigheder.

B. Analysemetoder for nonioniske overfladeaktive stoffer

Bestemmelsen af nonioniske overfladeaktive stoffer i testene foretages ved hjælp af bismuth (BiAS) efter den analyseprocedure, der er fastlagt i bilag IX, punkt 3.

For de nonioniske overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på ovennævnte BiAS-metode, eller hvis det af hensyn til effektiviteten eller præcisionen forekommer mere hensigtsmæssigt (dette skal begrundes), anvendes der egnede instrumentelle analyser, som er specifikke for det overfladeaktive stof, der undersøges for. Fabrikanten skal efter anmodning stille prøver af det pågældende rene overfladeaktive stof til rådighed for medlemsstaternes kompetente myndigheder.

C. Analysemetode for kationiske overfladeaktive stoffer

Bestemmelsen af kationiske overfladeaktive stoffer i testene foretages ved analyse med disulfinblåt (Disulfine Blue Active Substance) (DBAS) efter følgende DBAS-procedurer:

Den metode, der anvendes i Tyskland, (1989) DIN 38 409 –
Ausgabe: 1989-07.

For de kationiske overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på ovennævnte DBAS-metode, eller hvis det af hensyn til effektiviteten eller præcisionen forekommer mere hensigtsmæssigt (dette skal begrundes), anvendes der egnede instrumentelle analyser, som er specifikke for det overfladeaktive stof, der undersøges for. Fabrikanten skal efter anmodning stille prøver af det pågældende rene overfladeaktive stof til rådighed for medlemsstaternes kompetente myndigheder.

D. Analysemetoder for amfotere overfladeaktive stoffer

Bestemmelsen af amfotere overfladeaktive stoffer i testene foretages ved nedennævnte analyseprocedure:

1. *Hvis der ikke er kationiske stoffer til stede:*

Den metode, der anvendes i Tyskland, (1989) DIN 38 409-Teil 20.

2. *I andre tilfælde:*

Orange II-metoden (Boiteux, 1984).

For de amfotere overfladeaktive stoffer, der ikke reagerer på ovennævnte test, eller hvis det af hensyn til effektiviteten eller præcisionen forekommer mere hensigtsmæssigt (dette skal begrundes), anvendes der egnede instrumentelle analyser, som er specifikke for det overfladeaktive stof, der undersøges for. Fabrikanten skal efter anmodning stille prøver af det pågældende rene overfladeaktive stof til rådighed for medlemsstaternes kompetente myndigheder.

BILAG III

Testmetoder for fuldstændig bionedbrydelighed (mineralisering) for overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler

A. Referencemetoden for laboratorietest af overfladeaktive stoffers fuldstændige bionedbrydelighed i denne forordning er baseret på EN ISO-standard 14593: 1999 (CO₂ headspace test).

Overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler anses for at være bionedbrydelige, hvis den målte bionedbrydelighed (mineralisering) efter en af fem følgende test²⁸ er mindst 60 % inden for otteogtyve dage:

1. EN ISO-standard 14593: 1999. Water quality. – Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium. – Analyse af uorganisk kulstof i lukkede beholdere (CO₂ headspace test). Der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages-vindue (referencemetode)
2. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.C [kuldioxidudvikling - modificeret Sturm-test]: der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages-vindue.
3. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.E (Closed Bottle): der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages-vindue.
4. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.D (manometrisk respirometri): der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages-vindue.
5. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.F (MITI: Ministry of International Trade and Industry, Japan): der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages vindue.

B. Afhængigt af det overfladeaktive stofs fysiske egenskaber kan en af nedennævnte metoder anvendes, hvis det er behørigt begrundet²⁹. Det skal bemærkes, at beståelseskriteriet på mindst 70 % i disse metoder skal betragtes som ækvivalent med beståelseskriteriet på mindst 60 % i metoderne under punkt A ovenfor. Om det er hensigtsmæssigt at benytte nedennævnte metoder, afgøres i hvert enkelt tilfælde ved bekræftelse, jf. forordningens artikel 5.

1. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.A (eliminering af opløst organisk kulstof (DOC)): der anvendes ikke præadaptation. Der anvendes ikke ti-dages vindue. Beståelseskriteriet for bionedbrydelighed målt efter testen skal være mindst 70 % inden for otteogtyve dage.
2. Metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.4.B (modificeret OECD-screening-test - eliminering af DOC): der anvendes ikke præadaptation. Der

²⁸ Disse fem test anses for at være de mest egnede til overfladeaktive stoffer.

²⁹ DOC-metoderne kan give resultater for fjernelse og ikke om fuldstændig bionedbrydning. Manometrisk respirometri og MITI vil i nogle tilfælde være uegnet, da den høje startkoncentration kan virke inhiberende.

anvendes ikke ti-dages vindue. Beståelseskriteriet for bionedbrydelighed målt efter testen skal være mindst 70 % inden for otteogtyve dage.

N.B. – Alle ovennævnte metoder fra Rådets direktiv 67/548/EØF findes også i publikationen: *Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union*. Part 2: "Testing Methods". European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.

BILAG IV

Supplerende risikovurdering af overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler

For overfladeaktive stoffer, som der foreligger en miljørisikovurdering af i forbindelse med direktiv 93/67/EØF eller forordning (EØF) nr. 793/93 og forordning (EF) nr. 1488/94 og dokumenter med teknisk vejledning, skal denne risikovurderingen ses i sammenhæng med den supplerende risikovurdering, der gennemføres som led i denne forordning.

Hvis det er sandsynligt, at der dannes vanskeligt nedbrydelige metabolitter, skal den supplerende risikovurdering, der gennemføres som led i denne forordning, ses i sammenhæng med vurderinger foretaget på grundlag af direktiv 93/67/EØF og forordning (EØF) nr. 793/93. Dette vurderes i det enkelte tilfælde, specielt på grundlag af resultaterne af de test, der er omhandlet i punkt 3 i dette bilag.

Undersøgelsen skal omfatte vandmiljøet. Udvalget kan rekvirere supplerende oplysninger vedrørende specifikke punkter i risikovurderingen. Supplerende oplysninger kan vedrøre andre dele af miljøet, f.eks. spildevandsslam og jord.

Som omhandlet i artikel 12, stk. 2, og artikel 13 kan retningslinjerne i dette bilag vedrørende afgørelser om meddelelse af dispensation tilpasses i takt med de indhøstede erfaringer.

Den tekniske dokumentation, der er omhandlet i artikel 5 og 9, skal indeholde mindst de oplysninger, der er beskrevet nedenfor.

1. **Stoffets identitet** (i overensstemmelse med bestemmelserne i direktiv 67/548/EØF, bilag VII, punkt A).
 - 1.1. *Navn*
 - 1.1.1. Navne i henhold til IUPAC-nomenklaturen
 - 1.1.2. Andre betegnelser
 - 1.1.3. CAS-nummer og CAS-navn (hvis det foreligger)
 - 1.1.4. Nummer i EINECS³⁰ eller ELINCS³¹ (hvis det foreligger)
 - 1.2. *Bruttoformel og strukturformel*
 - 1.3. *Det overfladeaktive stofs sammensætning*

³⁰ Europæisk fortegnelse over markedsførte kemiske stoffer (European Inventory of Existing Chemical Substances).

³¹ Europæisk liste over anmeldte kemiske stoffer (European List of Notified Chemical Substances).

2. **Oplysninger om det overfladeaktive stof**

2.1. *Anvendt mængde af det overfladeaktive stof i vaske- og rengøringsmidler*

2.2. Oplysningerne om anvendelsesmønsteret under dette punkt skal være tilstrækkelige til en omtrentlig, men realistisk vurdering af det overfladeaktive stofs funktion og miljøets udsættelse for det overfladeaktive stof i forbindelse med dets anvendelse i vaske- og rengøringsmidler. De skal bl.a. omfatte følgende:

- anvendelsernes betydning (samfundsmæssig værdi)
- brugsvilkår (scenarier for udslip)
- benyttede mængder
- mulige alternative produkter og deres egnethed (kvalitetsmæssige og økonomiske hensyn)
- vurdering af relevant miljøinformation.

3. **Oplysninger om potentielle vanskeligt nedbrydelige metabolitter**

Der skal forelægges toksicitetsoplysninger vedrørende testvæsker. Hvis der ikke foreligger oplysninger om restprodukternes identitet, kan der anmodes om oplysninger som omhandlet i punkt 4.2.1 nedenfor, afhængigt af den potentielle risiko og af betydningen og mængden af det overfladeaktive stof, der anvendes i vaske- og rengøringsmidler. I tilfælde af tvist vedrørende disse oplysninger kan der træffes afgørelse i henhold til artikel 12, stk. 2.

4. **Yderligere undersøgelser**

4.1. *Test for bionedbrydelighed*

4.1.1. Præadapteret inokulum

Alle de i bilag III foretrukne test kan udføres med præadapteret inokulum som dokumentation for, at præadaptation er relevant for det overfladeaktive stof.

4.1.2. Test for inhærent bionedbrydelighed

Der skal indgå mindst en af følgende test:

- metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.12 (modificeret SCAS-test)
- metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.9 (Zahn-Wellens).

Hvis et stof ikke består testen for inhærent bionedbrydelighed, er det et tegn på mulighed for persistens, hvilket generelt kan anses for at være tilstrækkeligt til at forbyde markedsføring af et sådant overfladeaktivt stof, medmindre der som anført i artikel 5 er andre begrundelser for at give dispensation.

4.1.3. Bionedbrydelighedssimuleringstest med aktiveret slam

Følgende test skal indgå:

- metode efter direktiv 67/548/EØF, bilag V, punkt C.10

(herunder eventuelle ændringer i driftsbetingelserne som foreslået i EN ISO 11733).

Hvis et stof ikke består bionedbrydelighedssimuleringstesten med aktiveret slam, kan det være et tegn på mulighed for frigivelse af metabolitter ved spildevandsbehandlingen, hvilket generelt kan anses som belæg for, at der er behov for en mere fuldstændig risikovurdering.

4.2. Toksicitetstest af væsker fra bionedbrydningstest

Der skal om testvæsker fremlægges toksicitetsoplysninger om:

4.2.1. Kemiske og fysiske forhold, f.eks.:

- metabolittens identitet (og de analysemetoder, som er anvendt)
- vigtigste fysisk/kemiske egenskaber (vandopløselighed, octanol: vandfordelingskoefficient (Log Po/w osv.).

4.2.2. Virkninger på organismer

Fisk: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.1, i direktiv 67/548/EØF

Dafnier: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.2, i direktiv 67/548/EØF

Alger: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.3, i direktiv 67/548/EØF

Bakterier: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.11, i direktiv 67/548/EØF.

4.2.3. Nedbrydning

Biotisk: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.5, i direktiv 67/548/EØF

Abiotisk: som test anbefales testen i bilag V, punkt C.7, i direktiv 67/548/EØF. Der skal fremlægges oplysninger, der også omhandler metabolitternes potentiale for biokoncentrering og deres fordeling til sedimentfasen.

Desuden anbefales det, hvis nogle af metabolitterne mistænkes for at have endokrinafbrydende effekt, at fastslå disse metabolitters mulige skadevirkninger, så snart der foreligger validerede test til vurdering af sådanne virkninger.

N.B. – Alle ovennævnte metoder fra direktiv 67/548/EØF findes også i *publikationen: Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union; Part 2: "Testing Methods"*. European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.

BILAG V

Liste over overfladeaktive stoffer, der har fået dispensation

Følgende overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, der har bestået test som anført i bilag II, men ikke bestået test som anført i bilag III, kan markedsføres ved dispensation, jf. artikel 5, og i overensstemmelse med den procedure, der er fastlagt i artikel 12, stk. 2, i denne forordning:

| NAVN i IUPAC-NOMENKLATUREN | EINECS- eller ELINCS-NUMMER | CAS-NUMMER og CAS-NAVN | BEGRÆNSNINGER |
|----------------------------|-----------------------------|------------------------|---------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

EINECS er forkortelsen for European Inventory of Existing Commercial Substances (på dansk: europæisk fortegnelse over markedsførte kemiske stoffer). Fortegnelsen indeholder en endelig liste over samtlige stoffer, der var på fællesskabsmarkedet den 18. september 1981.

ELINCS er listen over nye stoffer som defineret i Rådets direktiv 92/32/EØF af 30. april 1992 om syvende ændring af direktiv 67/548/EØF om tilnærmelse af lovgivning om klassificering, emballering og etikettering af farlige stoffer³².

³² EFT L 154 af 5.6.1992, s. 1.

BILAG VI

Liste over de overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, der er forbudt eller underlagt begrænsninger

Det er konstateret, at følgende overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler ikke opfylder bestemmelserne i denne forordning:

| NAVN i IUPAC-NOMENKLATUREN | EINECS- eller ELINCS-NUMMER | CAS-NUMMER og CAS-NAVN | BEGRÆNSNINGER |
|----------------------------|-----------------------------|------------------------|---------------|
| | | | |
| | | | |
| | | | |

EINECS er forkortelsen for European Inventory of Existing Commercial Substances (på dansk: europæisk fortegnelse over markedsførte kemiske stoffer). Fortegnelsen indeholder en endelig liste over samtlige stoffer, der var på fællesskabsmarkedet den 18. september 1981.

ELINCS er listen over nye stoffer som defineret i Rådets direktiv 92/32/EØF.

BILAG VII

Liste over de overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler, hvis anvendelse er forbudt eller begrænset i henhold til gennemførelsesbestemmelser eller anden fællesskabslovgivning

Denne liste over overfladeaktive stoffer i vaske- og rengøringsmidler indeholder overfladeaktive stoffer, der er omfattet af denne forordning, og hvis anvendelse er forbudt eller begrænset i henhold til anden fællesskabslovgivning, navnlig direktiv 76/769/EØF³³:

| NAVN i IUPAC-NOMENKLATUREN | GENNEMFØRT LOVGIVNING | EINECS-eller ELINCS-NUMMER | CAS-NUMMER og CAS-NAVN | BEGRÆNSNINGER |
|----------------------------|-----------------------|----------------------------|------------------------|---------------|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

EINECS er forkortelsen for European Inventory of Existing Commercial Substances (på dansk: europæisk fortegnelse over markedsførte kemiske stoffer). Fortegnelsen indeholder en endelig liste over samtlige stoffer, der var på fællesskabsmarkedet den 18. september 1981.

ELINCS er listen over nye stoffer som defineret i Rådets direktiv 92/32/EØF.

³³ Der kan eventuelt henvises til gennemførelse af internationale aftaler og/eller til internationale organisationer.

BILAG VIII
Mærkning og datablad for indholdsstoffer

A. Indholdsmærkning

Som foreskrevet i artikel 11, stk. 3, i denne forordning gælder følgende mærkningsbestemmelser for emballage til vaske- og rengøringsmidler, der sælges til almindelige forbrugere.

Vægtprocentintervallerne:

- under 5 %
- 5 % eller derover, men under 15 %
- 15 % eller derover, men under 30 %
- 30 % eller derover

anvendes til at angive indholdet af nedennævnte indholdsstoffer, hvis disse er til stede i en koncentration på over 0,2 vægtprocent:

- fosfater
- fosfonater
- anioniske overfladeaktive stoffer
- kationiske overfladeaktive stoffer
- amfotere overfladeaktive stoffer
- nonioniske overfladeaktive stoffer
- iltbaserede blegemidler
- blegemidler med klor
- EDTA
- NTA (natriumsalt af nitrilotrieddikesyre)
- phenoler og halogenerede phenoler
- paradichlorbenzen
- aromatiske kulbrinter
- alifatiske kulbrinter
- halogenerede kulbrinter
- sæbe

- zeolit
- polycarboxylater.

For eventuelle andre indholdsstoffer gælder hverken ovennævnte procentintervaller eller koncentrationstærsklen på 0,2 %. Følgende indholdsstoffer skal angives uanset koncentrationen deraf:

- enzymer
- desinfektionsmidler.

Hvis der er anvendt konserveringsmidler, skal disse angives uanset koncentrationen deraf, om muligt under anvendelse af den fælles nomenklatur, der er fastlagt i henhold til artikel 8 i direktiv 76/768/EØF.

Hvis der anvendes parfume, som er opført på listen over allergene parfumeindholdsstoffer, første gang fastsat af Den Videnskabelige Komité for Kosmetiske Produkter og andre Forbrugsvarer end Levnedsmidler (SCCNFP) i udtalelse SCCNFP/0017/98³⁴, skal de angives under anvendelse af den nomenklatur, som komitéen har fastsat, uanset koncentrationen deraf.

For vaske- og rengøringsmidler, der kun anvendes erhvervsmæssigt, og som ikke sælges til almindelige forbrugere, behøver ovennævnte krav ikke at være opfyldt, hvis de tilsvarende oplysninger foreligger i form af tekniske datablade, sikkerhedsdatablade eller på lignende egnet vis.

B. Mærkning vedrørende dosering

Som foreskrevet i artikel 11, stk. 4, i denne forordning, gælder følgende bestemmelser om mærkning af emballage til vaske- og rengøringsmidler, der sælges til almindelige forbrugere. Emballagen til vaske- og rengøringsmidler, der sælges til almindelige forbrugere med henblik på anvendelse som vaskemiddel til tekstiler, skal mærkes med følgende oplysninger:

- Anbefalede mængder og/eller doseringsanvisninger udtrykt i milliliter eller gram svarende til en standardvaskemaskinfuld, for vand med forskellig hårdhedsgrad og for vaskeprogrammer med og uden forvask.
- Antal standardvaskemaskinfulde "normalt tilsmudset" tøj, der kan vaskes med pakkens indhold under anvendelse af middelhårdt vand svarende til 2,5 millimol CaCO₃/l.
- Et eventuelt medfølgende målebæger skal også mærkes med indhold i milliliter eller gram.

Standardvaskemaskinfulden er 4,5 kg tørt tøj, når der er tale om storvaskemidler, og 2,5 kg tørt tøj, når der er tale om finvaskemidler, jf. definitionerne i Kommissionens beslutning 1999/476/EF om opstilling af miljøkriterier for tildeling af Fællesskabets miljømærke til vaskemidler. Et vaskemiddel anses for at være et storvaskemiddel, medmindre

³⁴ http://europa.eu.int/comm/food/fs/sc/sccp/out98_en.html

fabrikantens eller importørens anprisninger fremhæver skånsom vask (lav temperatur eller sarte fibre og farver).

C. Datablad for indholdsstoffer

Følgende bestemmelser gælder for angivelsen af indholdsstoffer i databladet, jf. artikel 9, stk. 3, i denne forordning.

Databladet skal indeholde vaske- og rengøringsmidlets navn og fabrikantens navn.

Alle indholdsstoffer skal anføres; de skal angives i aftagende orden efter vægt, og listen skal underopdeles efter følgende vægtprocentintervaller:

- 10 % eller derover
- 1 % eller derover, men under 10 %
- 0,1 % eller derover, men under 1 %
- under 0,1 %.

Urenheder betragtes ikke som indholdsstoffer.

Det almindelige kemiske navn eller IUPAC-navnet³⁵, CAS-nummeret og - hvis det foreligger - INCI-navnet³⁶ og navnet i den europæiske farmakopé angives for hvert indholdsstof.

³⁵ International Union of Pure and Applied Chemistry.

³⁶ International Nomenclature Cosmetic Ingredient.

BILAG IX

Test- og analysemetoder

Følgende test- og analysemetoder skal anvendes ved medlemsstaternes kontrol af vaske- og rengøringsmidler på markedet:

1. REFERENCEMETODE (kontroltest)

1.1. Definition

Denne metode beskriver en laboratiemodell med aktiveret slam + sekundær sedimentation, der er beregnet til at simulere kommunal spildevandsbehandling. De beskrevne driftsbetingelser er fra de direktiver, der gik forud for denne forordning. I forbindelse med denne testmetode kan der anvendes forbedrede driftsbetingelser på det aktuelle tekniske niveau som omhandlet i EN ISO 11733.

1.2. Nødvendigt udstyr

Målemetoden er baseret på anvendelse af et renseanlæg med aktiveret slam, der er skematiseret i figur 1 og nærmere beskrevet i figur 2. Udstyret består af en beholder A til opbevaring af det kunstige spildevand, en doseringspumpe B, en beluftsbeholder C, en sedimentationsbeholder D, en airliftpumpe E til returløb af det aktiverede slam og en beholder F til opsamling af det behandlede spildevand.

Beholderne A og F skal enten være af glas eller af et egnet plastmateriale og rumme mindst fireogtyve liter. Pumpen B skal sikre en konstant tilførsel af kunstigt spildevand til beluftsbeholderen; under normale anvendelsesforhold skal denne beholder indeholde tre liter blanding. Et sintret glas g, der benyttes til beluftning, er anbragt i beholderen C øverst i dennes nedre kegle. Den luftmængde, der blæses ind af beluftsanordningen, skal registreres ved hjælp af et flowmeter H.

1.3. Kunstigt spildevand

Til udførelse af denne test anvendes kunstigt spildevand. Der opløses pr. liter vandværksvand:

- 160 mg pepton
- 110 mg kødekstrakt
- 30 mg urinstof, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$
- 7 mg natriumchlorid, NaCl
- 4 mg calciumchlorid, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 2 mg magnesiumsulfat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 28 mg dikaliumhydrogenphosphat, K_2HPO_4 , og
- 10 ± 1 mg af det overfladeaktive stof.

Det kunstige spildevand skal fremstilles hver dag.

1.4. Tilberedning af prøver

Ikke-sammensatte overfladeaktive stoffer kan undersøges uden forbehandling. Prøvernes indhold af overfladeaktive stoffer må bestemmes, for at fremstillingen af det kunstige spildevand (1.3) kan finde sted.

1.5. Anlæggets virkemåde

Først fylder man beluftsbeholderen C og sedimentationsbeholderen D med kunstigt spildevand. Sedimentationsbeholderen D skal fastgøres i en sådan højde, at beluftsbeholderen C indeholder tre liter. Podning foretages ved at tilsætte 3 ml sekundært afløb af en god kvalitet, nylig opsamlet fra et rensningsanlæg, der fortrinsvis behandler husspildevand. Afløbsprøven må opbevares under aerobe betingelser i perioden fra udtagningen til anvendelsen. Derefter sætter man lufttilførselsanordningen g, airliftpumpen E og doseringspumpen B i gang. Det kunstige spildevand må passere gennem beluftsbeholderen C med en hastighed på en liter pr. time svarende til en gennemsnitlig opholdstid på tre timer.

Beluftningen justeres på en sådan måde, at indholdet i beholderen C konstant holdes opslemmet, og at koncentrationen af opløst ilt er mindst 2 mg/l. Skumdannelse forhindres med passende midler; man må dog ikke anvende skumdæpningsmidler, der kan hæmme det aktiverede slam, eller som indeholder overfladeaktive stoffer. Airliftpumpen E justeres på en sådan måde, at der opretholdes en kontinuerlig og regelmæssig recirkulation af aktiveret slam fra sedimentationsbeholderen D til beluftsbeholderen C. Slam, der har samlet sig øverst i beluftsbeholderen C, på bunden af sedimentationsbeholderen D eller i slangerne, skal igen bringes i cirkulation mindst én gang dagligt ved hjælp af børstning eller en anden egnet fremgangsmåde. Såfremt slammet ikke sætter sig, kan man øge sedimentationsevnen ved at tilsætte 2 ml-portioner af en 5 % ferrichloridopløsning, om nødvendigt flere gange.

Overløbet fra sedimentationsbeholderen D opsamles i beholderen F i løbet af fireogtyve timer; derefter udtages en prøve efter en omhyggelig opblanding. Beholderen F renses herefter omhyggeligt.

1.6. Kontrol af måleudstyr

Det kunstige spildevands indhold af overfladeaktive stoffer (udtrykt i mg/l) bestemmes umiddelbart før anvendelsen.

Indholdet af overfladeaktive stoffer (udtrykt i mg/l) i overløbet, der er opsamlet i løbet af fireogtyve timer i beholderen F, skal analyseres efter samme metode umiddelbart efter opsamlingen; hvis dette ikke er muligt, må prøverne opbevares, så de ikke nedbrydes, helst ved frysning. Koncentrationen skal måles med en nøjagtighed på 0,1 mg overfladeaktive stoffer pr. l.

For at kontrollere, at processen forløber tilfredsstillende, måler man mindst to gange om ugen det kemiske iltforbrug (COD) eller koncentrationen af opløst organisk kulstof (DOC) i det gennem glasfiber filtrerede overløb, der er opsamlet i beholderen F, og i det filtrerede kunstige spildevand i beholderen A.

Produktionen af COD og DOC vil blive konstant, når en nogenlunde regelmæssig nedbrydning af overfladeaktive stoffer opnås, det vil sige ved slutningen af indkøringsfasen angivet i figur 3.

Indholdet af tørstof i det aktiverede slam i beluftningsbeholderen skal bestemmes to gange om ugen (udtrykt i g/l). Hvis dette er mere end 2,5 g/l, må den overskydende mængde aktiveret slam fjernes.

Nedbrydnings testen udføres ved stuetemperatur, der skal være nogenlunde konstant og holdes mellem 19 og 24° C.

1.7. Beregning af den biologiske nedbrydelighed

Nedbrydningsgraden af overfladeaktive stoffer udtrykt i procent skal beregnes dagligt på grundlag af indholdet af overfladeaktive stoffer i det kunstige spildevand (udtrykt i mg/l) og i det tilsvarende overløb opsamlet i beholderen F.

De nedbrydningsværdier, man får, skal fremstilles grafisk som vist i figur 3.

Det overfladeaktive stofs biologiske nedbrydelighed skal beregnes som det aritmetiske gennemsnit af de værdier, der er opnået i løbet af de enogtyve dage, som følger efter indkørings- og tilpasningsfasen. Inden for de enogtyve dage skal nedbrydningen have været regelmæssig, og anlægget skal have virket problemfrit. Indkøringsfasen må under ingen omstændigheder overstige seks uger.

De daglige værdier for nedbrydeligheden beregnes med en nøjagtighed på 0,1 %, men det endelige resultat afrundes til nærmeste hele procenttal.

I visse tilfælde kan prøveudtagningshyppigheden reduceres, men til beregning af gennemsnittet skal dog benyttes mindst fjorten resultater, opnået i løbet af de enogtyve dage, der følger efter indkøringsfasen.

2. BESTEMMELSE AF ANIONISKE OVERFLADEAKTIVE STOFFER I FORBINDELSE MED BIONEDBRYDELIGHEDSTEST

2.1. Princip

Metoden er baseret på det faktum, at det kationiske farvestof methylenblåt [MBAS³⁷] danner blå salte med anioniske overfladeaktive stoffer, som kan ekstraheres med chloroform. For at eliminere interferenser gennemføres ekstraktionen først fra en alkalisk opløsning, hvorefter ekstraktet rystes med en sur opløsning af methylenblåt. Absorbansen af den udskilte organiske fase måles fotometrisk ved bølgelængden med maksimal absorption, 650 nm.

2.2. Reagenser og udstyr

2.2.1. Bufferopløsning, pH = 10

24 g natriumbicarbonat, NaHCO₃ P.A., og 27 g vandfrit natriumcarbonat, Na₂CO₃ P.A., opløses i deioniseret vand og fortyndes til 1 000 ml.

³⁷ MBAS står for Methylene Blue Active Substance (methylenblåt).

2.2.2. Neutral opløsning af methylenblåt

0,35 g methylenblåt P.A. opløses i deioniseret vand og fortyndes til 1 000 ml. Opløsningen tilberedes mindst fireogtyve timer før brug. Absorbansen af den klare chloroformfase, målt i forhold til chloroform, må ikke overstige 0,015 pr. cm lagtykkelse ved 650 nm.

2.2.3. Sur opløsning af methylenblåt

0,35 g methylenblåt P.A. opløses i 500 ml deioniseret vand og blandes med 6,5 ml H₂SO₄ (d = 1,84 g/ml). Det fortyndes med deioniseret vand til 1 000 ml. Opløsningen tilberedes mindst fireogtyve timer før brug. Absorbansen af den klare chloroformfase, målt i forhold til chloroform, må ikke overstige 0,015 pr. cm lagtykkelse ved 650 nm.

2.2.4. Chloroform (trichlormethan), CHCl₃ P.A., frisk destilleret.

2.2.5. Dodecylbenzensulfonsyremethylester.

2.2.6. Kaliumhydroxidopløsning i ethanol, KOH 0,1 M.

2.2.7. Ren ethanol, C₂H₅OH.

2.2.8. Svovlsyre, H₂SO₄ 0,5 M.

2.2.9. Phenolphtaleinopløsning

1 g phenolphtalein opløses i 50 ml ethanol og tilsættes 50 ml deioniseret vand under stadig omrøring. Eventuelt bundfald frafiltreres.

2.2.10. Saltsyre i methanol: 250 ml koncentreret saltsyre P.A. og 750 ml methanol.

2.2.11. Skilletragt, 250 ml.

2.2.12. Målekolbe, 50 ml.

2.2.13. Målekolbe, 500 ml.

2.2.14. Målekolbe, 1 000 ml.

2.2.15. Rundbundet kolbe med slib og tilbageløbssvaler, 250 ml; granulat til hindring af stødkogning.

2.2.16. pH-meter.

2.2.17. Fotometer til målinger ved 65 nm, med kuvetter på 1-5 cm.

2.2.18. Groft filtrerpapir.

2.3. Fremgangsmåde

Analyseprøverne må ikke udtages gennem et skumlag.

Efter grundig rensning med vand skylles det apparatur, der anvendes til analysen, grundigt med saltsyre i methanol (2.2.10) og derefter med deioniseret vand inden brug.

Filtrer tilløb og afløb fra det aktiverede slamanlæg umiddelbart efter prøveudtagning. De første 100 ml af filtraterne bortkastes.

En afmålt prøvemængde, om nødvendigt neutraliseret, anbringes i en 250 ml skilletragt (2.2.11). Prøvemængden bør indeholde mellem 20 og 150 µg MBAS. Med et MBAS-indhold i den lavere ende kan anvendes op til 100 ml af prøven. Anvendes mindre end 100 ml, fortyndes til 100 ml med deioniseret vand. Der tilsættes 10 ml bufferopløsning (2.2.1), 5 ml neutral opløsning af methylenblåt (2.2.2) og 15 ml chloroform eller trichloromethan (2.2.4). Blandingen rystes regelmæssigt og ikke for voldsomt i et minut. Efter faseadskillelse overføres chloroformlaget til en anden skilletragt indeholdende 110 ml deioniseret vand og 5 ml sur opløsning af methylenblåt (2.2.3). Blandingen rystes i et minut. Chloroformlaget hældes gennem et chloroformvædet bomuldsfilter, der i forvejen er rensset i alkohol, over i en målekolbe (2.2.12).

De alkaliske og sure opløsninger ekstraheres tre gange, idet der anvendes 10 ml chloroform til den anden og tredje ekstraktion. De kombinerede chloroformekstrakter filtreres gennem samme bomuldsfilter og fortyndes op til mærket i 50 ml-kolben (2.2.12) med den chloroform, der er benyttet til rensning af bomulden. Chloroformopløsningens absorbans måles med et fotometer ved 650 nm i 1-5 cm-kuvetter i forhold til chloroform. Under hele proceduren foretages en blindværdibestemmelse.

2.4. Kalibreringskurve

Der tilberedes en kalibreringsopløsning fra standardopløsningen af dodecylbenzensulfonsyremethylester (tetrapropylen type molekylvægt 340) efter forsæbning til kaliumsaltet. Indholdet af MBAS beregnes som natriumdodecylbenzensulfonat (molekylvægt 348).

Der afvejes 400-450 mg dodecylbenzensulfonsyremethylester (2.2.5) med en nøjagtighed på 0,1 mg i en rundbundet kolbe og tilsættes 50 ml kaliumhydroxidopløsning i ethanol (2.2.6) og noget granulat til hindring af stødkogning. Tilbageløbssvaleren anbringes, og der koges i en time. Efter afkøling vaskes svaleren og samleddet af glas med ca. 30 ml ethanol, og dette ethanol tilsættes til kolbens indhold. Opløsningen titreres med svovlsyre med phenolphtalein som indikator, indtil denne bliver farveløs. Opløsningen overføres til en 1 000 ml målekolbe (2.2.14), fortyndes op til mærket med deioniseret vand og blandes.

En del af denne stamopløsning fortyndes derefter yderligere. Der udtages 25 ml, som overføres til en 500 ml målekolbe (2.2.13), fortyndes til mærket med deioniseret vand og blandes.

Denne standardopløsning indeholder:

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

hvor E er prøvens vægt i mg.

Med henblik på fremstilling af kalibreringskurven udtages 1, 2, 4, 6 og 8 ml-portioner af standardopløsningen og fortyndes til 100 ml med deioniseret vand. Derefter fortsættes som under 2.3, herunder en blindprøvebestemmelse.

2.5. Beregning af resultater

Indholdet af anioniske overfladeaktive stoffer i prøven som MBAS aflæses af kalibreringskurven (2.4). MBAS-indholdet i prøven er givet ved:

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

hvor V = volumen i ml af den anvendte prøve.

Resultaterne udtrykkes som natriumdodecylbenzensulfonat (molekylvægt 348).

2.6. Angivelse af resultater

Resultaterne udtrykkes som mg MBAS/l med en nøjagtighed på 0,1.

3. BESTEMMELSE AF NONIONISKE OVERFLADEAKTIVE STOFFER I FORBINDELSE MED BIONEDBRYDELIGHEDSTEST

3.1 Princip

De overfladeaktive stoffer koncentrerer og isoleres ved hjælp af gasstripping. I den anvendte prøve skal mængden af det nonioniske overfladeaktive stof være mellem 250 og 800 μg .

Det afstrippede overfladeaktive stof opløses i ethylacetat.

Efter faseadskillelse og fordampning af opløsningsmidlet, fældes det nonioniske overfladeaktive stof i en vandig opløsning med et modificeret Dragendorff-reagens ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{iseddike}$).

Bundfaldet frafiltreres og vaskes med iseddike, og det opløses i en ammoniumtartratopløsning. Det bismuth, der er indeholdt i opløsningen, titreres potentiometrisk med en pyrrolidindithiocarbamatopløsning ved pH 4-5 under anvendelse af en poleret platinelektrode og med en kalomel- eller en sølv/sølvchloridelektrode som referenceelektrode. Metoden er anvendelig for nonioniske overfladeaktive stoffer, der indeholder 6-30 alkylenoxidgrupper.

Resultatet af titreringen multipliceres med den empiriske faktor 54 for at omforme resultatet til at udtrykke mængden af referencestoffet: nonylphenol, der er kondenseret med 10 mol ethylenoxid (NP 10).

3.2. Reagenser og udstyr

Reagenser skal fremstilles med ioniseret vand.

3.2.1. *Ren ethylacetat, frisk destilleret.*

3.2.2. *Natriumbicarbonat, NaHCO_3 P.A.*

3.2.3. *Fortyndet saltsyre (HCl) [20 ml konc. saltsyre P.A. fortyndet op til 1 000 ml med vand].*

3.2.4. *Methanol P.A., frisk destilleret, opbevares i glasflaske.*

3.2.5. *Bromcresolrødt, 0,1 g i 100 ml methanol.*

3.2.6. *Fældningsreagens: fældningsreagenset er en blanding af to rumfang af opløsning A og et rumfang af opløsning B. Blandingen opbevares i en brun flaske og kan anvendes op til en uge efter sammenblandingen.*

3.2.6.1. Opløsning A

1,7 g basisk bismuthnitrat, $\text{BiO} \cdot \text{NO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ P.A., opløses i 20 ml iseddike, og rumfanget justeres til 100 ml med vand. Derefter opløses 65 g kaliumiodid P.A. i 200 ml vand. De to opløsninger blandes i en 1 000 ml målekolbe, der tilsættes 200 ml iseddike (3.2.7), og der fyldes op til 1 000 ml med vand.

3.2.6.2. Opløsning B

290 g bariumchlorid, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ P.A., opløses i 1 000 ml vand.

3.2.7. *Iseddike, 99-100 % (lavere koncentrationer kan ikke anvendes).*

3.2.8. *Ammoniumtartratopløsning: 12,4 g vinsyre P.A. og 12,4 ml ammoniakopløsning P.A. ($d = 0,910$ g/ml) blandes, og der fyldes op til 1 000 ml med vand (eller der kan anvendes en ækvivalent mængde ammoniumtartrat P.A.).*

3.2.9. *Fortyndet ammoniakopløsning: 40 ml ammoniakopløsning P.A. ($d = 0,910$ g/ml) fortyndes til 1 000 ml med vand.*

3.2.10. *Acetatbuffer: 40 g natriumhydroxid P.A. opløses i 500 ml vand i et bægerglas, og der afkøles. Der tilsættes 120 ml iseddike (3.2.7). Der blandes omhyggeligt, afkøles og overføres til en 1 000 ml målekolbe, hvorefter der fyldes op til mærket med vand.*

3.2.11. *Pyrrolidindithiocarbamatopløsning (i det følgende benævnt "carbatopløsning"): 103 mg natriumpyrrolidindithiocarbamat, $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, opløses i ca. 500 ml vand, der tilsættes 10 ml n-amyl-alkohol (pentan-1-ol) P.A. og 0,5 g NaHCO_3 P.A. og fyldes op til 1 000 ml med vand.*

3.2.12. *Kobbersulfatopløsning (til standardisering af 3.2.11).*

STAMOPLØSNING

1 249 g kobbersulfat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ P.A., blandes med 50 ml 0,5 M svovlsyre, og der fyldes op til 1 000 ml med vand.

STANDARDOPPLØSNING

50 ml stamopløsning blandes med 10 ml 0,5 M H_2SO_4 , og der fyldes op til 1 000 ml med vand.

3.2.13. *Natriumchlorid P.A.*

3.2.14. *Gasstripningsapparat (se figur 5).*

Den sintrede plades diameter skal være den samme som rørets indre diameter.

3.2.15. *Skilletragt, 250 ml.*

- 3.2.16. *Magnetomrører med 25-30 mm magnetpind.*
- 3.2.17. *Gooch-filtertragt, diameter af den perforerede bundplade 25 mm, type G4.*
- 3.2.18. *Cirkulært glasfiberfiltrerpapir, 27 mm i diameter og med fiberdiameter på 0,3-1,5 μm .*
- 3.2.19. *To sugekolber med adaptorer og gummiringe på henholdsvis 500 ml og 250 ml.*
- 3.2.20. *Potentiometer med skriver og med en poleret platinelektrode og en kalomel- eller en sølv/sølvchloridelektrode som referenceelektrode med et 250 mV-område og med en automatburette på 20-25 ml, eller tilsvarende udstyr til manuel betjening.*

3.3. Fremgangsmåde

3.3.1. Koncentrering og fraseparering af det overfladeaktive stof

Den vandige prøve filtreres gennem et groft filtrerpapir. De første 100 ml af filtratet bortkastes.

I stripningsapparatet, der i forvejen er skyllet med ethylacetat, anbringes en afmålt mængde af prøven, således at den indeholder 250-800 μg nonionisk overfladeaktivt stof.

For at opnå bedre separation tilsættes 100 g natriumchlorid og 5 g natriumbicarbonat.

Hvis rumfanget af prøven er mere end 500 ml, tilsættes disse salte i stripningsapparatet i fast form, og de opløses ved gennemblæsning med nitrogen eller luft.

Hvis der er anvendt et mindre rumfang prøve, opløses saltene i 400 ml vand og hældes derefter i stripningsapparatet.

Der tilsættes vand, til overfladen når den øverste stophane.

100 ml ethylacetat hældes forsigtigt oven på den vandige fase.

Vaskeflasken i lufttilledningen (nitrogen eller luft) fyldes to tredjedele op med ethylacetat.

Der sendes en luftstrøm på 30-60 l/t gennem apparatet; det anbefales at anvende et flowmeter. Lufthastigheden må øges gradvist i begyndelsen. Lufthastigheden må justeres på en sådan måde, at de to faser tydeligt forbliver adskilte, således at en blanding af faserne og en opløsning af ethylacetat i vand undgås mest muligt. Luftstrømmen standses efter fem minutter.

Hvis rumfanget af den organiske fase er reduceret med mere end 20 % ved opløsning i vandfasen, må operationen gentages med formindsket lufthastighed.

Den organiske fase hældes fra i en skilletragt. Alt vand fra vandfasen i skilletragten - det må højst dreje sig om nogle få ml - hældes tilbage i stripningsapparatet. Ethylacetatfasen filtreres gennem et tørt, groft filtrerpapir over i et 250 ml bægerglas.

Der hældes yderligere 100 ml ethylacetat i stripningsapparatet, og der sendes igen nitrogen eller luft igennem i fem minutter. Den organiske fase hældes fra i den samme skilletragt, som anvendtes ved den første separation, den vandige fase bortkastes, og den organiske fase

filtreres gennem det samme filterpapir, som den første portion ethylacetat filtreredes igennem. Både skilletragten og filterpapiret skylles med 20 ml ethylacetat.

Ethylacetatekstraktet inddampes til tørhed på et vandbad (stinkskab). En svag luftstrøm blæses hen over overfladen for at accelerere fordampningen.

3.3.2. Fældning og filtrering

Den tørre remanens fra 3.3.1 opløses i 5 ml methanol, der tilsættes 40 ml vand og 0,5 ml fortyndet HCl (3.2.3), og blandingen omrøres med en magnetomrører.

Til denne blanding sættes 30 ml af fældningsreagenset (3.2.6) fra et måleglas. Bundfaldet fremkommer ved fortsat omrøring. Efter omrøring i ti minutter henstår blandingen i mindst fem minutter.

Blandingens filtreres gennem en Gooch-filtertragt, hvor bunden er dækket af et glasfiberfilterpapir. Dernæst vaskes filterpapiret under svag sugning med 2 ml iseddike. Derefter vaskes bægerglasset, magnetpinden og filtertragten omhyggeligt med iseddike (ca. 40-50 ml). Det er ikke nødvendigt at overføre bundfaldet kvantitativt fra bægerglassets sider til filterpapiret, idet opløsningen af bundfaldet til titreringen føres tilbage til bægerglasset, der anvendes ved fældningen, og det tilbageblevne bundfald vil da blive opløst.

3.3.3. Opløsning af bundfaldet

Bundfaldet i filtertragten opløses ved tilsætning af varm (ca. 80° C) ammoniumtartratopløsning (3.2.8) i tre portioner, hver på 10 ml. Hver portion henstår nogle minutter i filtertragten, før den suges ned i kolben.

Sugekolbens indhold hældes over i bægerglasset, der anvendes ved fældningen. Bægerglassets sider skylles med yderligere 20 ml tartratopløsning for at opløse den sidste mængde bundfald.

Filtertragten, overdelen og sugokolben vaskes omhyggeligt med 150-200 ml vand, der føres over i bægerglasset, der anvendes ved fældningen.

3.3.4. Titrering

Opløsningen omrøres med en magnetomrører (3.2.16), der tilsættes nogle få dråber bromcresolrødt (3.2.5), og der tilsættes fortyndet ammoniakopløsning (3.2.9), indtil farven bliver violet (opløsningen er svagt sur fra rester af eddikesyren, der anvendes ved skylningen).

Derefter tilsættes 10 ml acetatbuffer (3.2.10), elektroderne dyppes ned i opløsningen, og der titreres med standard "carbatopløsningen" (3.2.11), idet burettespidsen netop er neddyppet i opløsningen.

Titreringshastigheden bør ikke overstige 2 ml/min.

Ækvivalenspunktet er det sted, hvor der er vendetangent til titreringskurven. Det vil observeres, at krumningen af titreringskurven nogle gange flader ud; dette kan undgås ved omhyggeligt at rense platinelektroden (ved at polere med slibepapir).

3.3.5. Kontrolprøve

Samtidig udføres en blindværdibestemmelse gennem hele proceduren, idet der anvendes 5 ml methanol og 40 ml vand, svarende til instruktionen i 3.3.2. Blindværdititreringen bør ikke være over 1 ml, idet det modsatte viser, at reagenserne (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9 og 3.2.10) ikke er tilstrækkeligt rene, f.eks. på grund af for stort indhold af tungmetaller, og de må erstattes af nye. Der skal tages hensyn til blindværdien ved beregning af resultaterne.

3.3.6. Kontrol af faktoren for "carbatopløsningen"

Faktoren for carbatopløsningen bestemmes hver dag inden brugen. For at gøre dette titreres 10 ml kobbersulfatopløsning (3.2.12) med "carbatopløsningen" efter tilsætning af 100 ml vand og 10 ml acetatbuffer (3.2.10). Hvis mængden, der anvendes, er a ml, bliver faktoren f bestemt ved:

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

og alle resultater af titreringen multipliceres med denne faktor.

3.4. Beregning af resultater

Eftersom ethvert nonionisk overfladeaktivt stof har sin egen faktor, der afhænger af dets opbygning, især længden af ethylenoxidkæden, henføres beregningerne til et standardstof. Til dette anvendes en nonylphenol med ti ethylenoxidenheder (NP 10), der har en konverteringsfaktor på 0,054.

Ved at anvende denne faktor beregnes mængden af overfladeaktivt stof, der findes i en prøve, udtrykt som mg NP 10-ækvivalenter, som følger:

$$(b-c) \times f \times 0,054 = \text{mg nonionisk overfladeaktivt stof, beregnet i form af NP 10}$$

hvor:

b = volumen af "carbatopløsning", der er anvendt til prøven (ml)

c = volumen af "carbatopløsning", der er anvendt til blindværdien (ml), og

f = faktoren for "carbatopløsningen".

3.5 Angivelse af resultater

Resultaterne angives i mg/l beregnet i form af NP 10 med en nøjagtighed på 0,1.

4. FORBEHANDLING AF DE ANIONISKE OVERFLADEAKTIVE STOFFER, DER SKAL UNDERSØGES

4.1. Indledende bemærkninger

4.1.1. *Behandling af prøverne*

Anioniske overfladeaktive stoffer og sammensatte vaske- og rengøringsmidler behandles forud for bestemmelsen af den biologiske nedbrydelighed ved kontroltesten, som følger:

| PRODUKT | BEHANDLING |
|--|---|
| Anioniske overfladeaktive stoffer | Ingen |
| Sammensatte vaske- og rengøringsmidler | Alkoholisk ekstraktion efterfulgt af fraseparering af de anioniske overfladeaktive stoffer ved ionbytning |

Formålet med den alkoholiske ekstraktion er at fjerne de uopløselige og uorganiske bestanddele af handelsprodukter, da de under visse omstændigheder kan virke forstyrrende på nedbrydningstesten.

4.1.2. *Ionbytningsproceduren*

Isolering og fraseparering af anioniske overfladeaktive stoffer fra sæbe, nonioniske og kationiske overfladeaktive stoffer er nødvendig for at sikre en nøjagtig bestemmelse af den biologiske nedbrydelighed.

Dette opnås ved en ionbytningsteknik, hvor der anvendes et makroporøst ionbyttermateriale og elueringsvæsker egnede til fraktioneringseluering. Man kan således isolere sæbe, anioniske og nonioniske overfladeaktive stoffer ved én proces.

4.1.3. *Analytisk kontrol*

Efter homogenisering bestemmes koncentrationen af anioniske overfladeaktive stoffer i vaske- eller rengøringsmidlet i overensstemmelse med analysemetoderne til bestemmelse af MBAS. Sæbeindholdet bestemmes ved en passende analytisk metode. Disse analyser af produktet er nødvendige for at beregne, hvor store mængder det er nødvendigt at anvende for at fremstille fraktionerne til prøvning af den biologiske nedbrydelighed.

En kvantitativ ekstraktion er ikke nødvendig; man bør imidlertid tilsigte at få mindst 80 % af de anioniske overfladeaktive stoffer ekstraheret. Normalt opnås 90 % eller mere.

4.2. Princip

Fra en homogen prøve (pulver, pasta eller tørret væske) fremstilles et ethanolekstrakt, der vil indeholde de overfladeaktive stoffer, sæbe og andre alkoholopløselige bestanddele af prøven af vaske- eller rengøringsmidlet.

Ethanolekstraktet inddampes til tørhed, opløses i en isopropanol/vand-blanding, og den opnåede opløsning sendes gennem en kombineret stærkt sur kationbytter/makroporøs anionbytter, der er opvarmet til 50° C. Denne temperatur er nødvendig for at undgå udfældning af fede syrer i det sure miljø.

De nonioniske overfladeaktive stoffer forbliver i gennemløbet.

Såbens fedtsyrer adskilles ved eluering med ethanol indeholdende CO₂. De anioniske overfladeaktive stoffer fås derefter som ammoniumsalte ved eluering med en vandig isopropanolopløsning af ammoniumbicarbonat. Disse ammoniumsalte anvendes til bionedbrydelighedstesten.

Kationiske overfladeaktive stoffer, der kan forstyrre bionedbrydelighedstesten og de analytiske procedurer, fjernes af kationbyttereren, der er placeret oven på anionbyttereren.

4.3. Kemikalier og udstyr

4.3.1. *Deioniseret vand.*

4.3.2. *Ethanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (tilladt denatureringsmiddel: methylethylketon eller methanol).*

4.3.3. *Isopropanol/vand-blanding (50/50 v/v):*

– 50 rumfangsdele isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, og

– 50 rumfangsdele vand (4.3.1)

4.3.4. *Opløsning af kuldioxid i ethanol (ca. 0,1 % CO₂): under anvendelse af et rør med indbygget glasfilter ledes kuldioxid, CO₂, gennem ethanolen (4.3.2) i ti minutter. Anvend kun frisklavede opløsninger.*

4.3.5. *Ammoniumbicarbonatopløsning (60/40 v/v): 0,3 mol NH₄HCO₃ i 1 000 ml af en isopropanol/vand-blanding, der består af 60 rumfangsdele isopropanol og 40 rumfangsdele vand (4.3.1).*

4.3.6. *Kationbytter (KAT), stærkt sur, resistent mod alkohol (50-100 mesh).*

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

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

4.3.9. *2 000 ml rundbundet kolbe med slib og tilbagesvaler.*

4.3.10. *90 mm (diameter) sugefilterholder (som kan opvarmes) til papirfiltre.*

4.3.11. *2 000 ml sugekolbe.*

4.3.12. *Ionbytterkolonne med varmekappe og hane: indre diameter 60 mm og indre højde 450 mm (se figur 4).*

4.3.13. *Vandbad.*

4.3.14. *Vacuumbørreovn.*

4.3.15. *Termostat.*

4.3.16. *Rotationsfordamper.*

4.4. Fremstilling af ekstrakt og fraseparering af anioniske overfladeaktive stoffer

4.4.1. Fremstilling af ekstrakt

Den mængde overfladeaktive stoffer, der er nødvendig til nedbrydningstesten, er ca. 50 g MBAS.

Normalt vil den mængde af produktet, der skal ekstraheres, ikke overstige 1 000 g, men det kan være nødvendigt at ekstrahere yderligere prøvemængder. Af praktiske grunde vil der i de fleste tilfælde være tale om højst 5 000 g ved fremstilling af ekstrakter til nedbrydningstesten.

Erfaringen har vist, at det er en fordel at foretage et antal mindre ekstraktioner frem for én større ekstraktion. De opgivne ionbytteregenskaber er beregnet på en arbejdskapacitet på 600-700 m mol overfladeaktive stoffer og sæbe.

4.4.2. Isolering af alkoholopløselige bestanddele

Til 1 250 ml ethanol sættes 250 g af det vaske- eller rengøringsmiddel, der skal analyseres. Blandingen opvarmes til kogning, og der koges med omrøring og tilbagesvaling i en time. Den varme alkoholopløsning hældes over på et i forvejen til 50° C opvarmet groft sugefilter, mens der suges kraftigt. Kolben og sugefiltret vaskes med ca. 200 ml varm ethanol. Filtratet og vaskevæsken opsamles i en sugokolbe.

I tilfælde af, at det er en pasta eller et flydende produkt, der skal analyseres, sikres det, at der ikke er mere end 55 g anioniske overfladeaktive stoffer og 35 g sæbe i prøven. Denne vejede prøve inddampes til tørhed. Remanensen opløses i 2 000 ml ethanol og behandles som beskrevet ovenfor.

I tilfælde af pulvere med lav rumvægt (< 300 g/l) anbefales det at øge ethanolmængden til forholdet 20:1. Det ethanoliske filtrat inddampes til tørhed, helst ved hjælp af en rotationsfordamper. Denne operation gentages, hvis en større mængde ekstrakt kræves. Remanensen opløses i 5 000 ml isopropanol/vand-blanding.

4.4.3. Fremstilling af ionbytterkolonner

KATIONBYTTERKOLONNE

600 ml kationbytter (4.3.6.) hældes op i et 3 000 ml bægerglas og dækkes ved tilsætning af 2 000 ml saltsyre (4.3.8). Blandingen henstår i mindst to timer under lejlighedsvis omrøring. Syren fradekanteres, og ionbyttermaterialet overføres til kolonnen (4.3.12) ved hjælp af deioniseret vand. Kolonnen bør være forsynet med en prop af glasuld. Kolonnen udvaskes med deioniseret vand med en væskehastighed på 10-30 ml/min., indtil eluatet er chloridfrit. Vandet fortrænges ved hjælp af 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (4.3.3), der tilsættes med en hastighed på 10-30 ml/min. Ionbytterkolonnen er nu klar.

ANIONBYTTERKOLONNE

600 ml anionbytter (4.3.7) hældes op i et 3 000 ml bægerglas og dækkes ved tilsætning af 2 000 ml deioniseret vand. Ionbytteren henstår til kvældning i mindst to timer. Ionbyttermaterialet overføres til kolonnen ved hjælp af deioniseret vand. Kolonnen bør være forsynet med en prop af glasuld.

Kolonnen udvaskes med 0,3 M ammoniumbicarbonatopløsning (4.3.5), indtil eluatet er chloridfrit. Dette kræver ca. 5 000 ml opløsning. Der udvaskes igen med 2 000 ml deioniseret vand. Vandet fortrænges ved hjælp af 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (4.3.3), der tilsættes med en hastighed på 10-30 ml/min. Ionbytterkolonnen er nu på OH-form og klar til brug.

4.4.4. Ionbytningsproceduren

Ionbytterkolonnerne forbindes således, at kationbytterkolonnen er anbragt oven på anionbytterkolonnen. Kolonnerne opvarmes til 50° C ved hjælp af en termostat. 5 000 ml af opløsningen, der er fremstillet under 4.4.2, opvarmes til 60° C og sendes gennem ionbytterkolonnerne med en hastighed på 20 ml/min. Kolonnerne udvaskes med 1 000 ml varm isopropanol/vand-blanding (4.3.3).

For at isolere de anioniske overfladeaktive stoffer (MBAS) adskilles KAT-kolonnen fra AAT-kolonnen. Ved anvendelse af 5 000 ml ethanol/CO₂-opløsning ved 50° C (4.3.4) elueres sæbens fedtsyrer ud af KAT-kolonnen. Eluatet bortkastes.

Derefter elueres MBAS ud af AAT-kolonnen med 5 000 ml ammoniumbicarbonatopløsning (4.3.5), og eluatet inddampes til tørhed på et dampbad eller i en rotationsfordamper. Remanensen indeholder MBAS (som ammoniumsalt) og muligvis ikke-overfladeaktive anioner, som ikke har nogen skadelig indvirkning på bionedbrydelighedstesten. Der tilsættes deioniseret vand, indtil et defineret rumfang er opnået, og MBAS-indholdet bestemmes i en prøve. Opløsningen anvendes som en standardopløsning af anioniske overfladeaktive stoffer til bionedbrydelighedstesten. Opløsningen skal opbevares ved en temperatur på under 5° C.

4.4.5. Regenerering af ionbyttermaterialet

Kationbytteren bortkastes efter brug.

Anionbyttermaterialet kan regenereres ved at sende yderligere ammoniumbicarbonatopløsning (4.3.5) gennem kolonnen med en vækehastighed på ca. 10 ml/min., indtil eluatet er frit for anioniske overfladeaktive stoffer (methylenblåt test). For at vaske sendes derefter 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (4.3.3) gennem anionbytteren. Anionbytteren er herefter igen klar til brug.

5. FORBEHANDLING AF DE NONIONISKE OVERFLADEAKTIVE STOFFER, DER SKAL UNDERSØGES

5.1. Indledende bemærkninger

5.1.1 Behandling af prøverne

Nonioniske overfladeaktive stoffer og sammensatte vaske- og rengøringsmidler behandles forud for bestemmelsen af den biologiske nedbrydelighed ved kontroltesten, som følger:

| PRODUKT | BEHANDLING |
|--|--|
| Nonioniske overfladeaktive stoffer | Ingen |
| Sammensatte vaske- og rengøringsmidler | Alkoholisk ekstraktion efterfulgt af fraseparering af de nonioniske overfladeaktive stoffer ved ionbytning |

Formålet med den alkoholiske ekstraktion er at fjerne de uopløselige og uorganiske bestanddele af handelsprodukter, da de under visse omstændigheder kan virke forstyrrende på nedbrydningstesten.

5.1.2. *Ionbytningsproceduren*

Isolering og fraseparering af nonioniske overfladeaktive stoffer fra sæbe, anioniske og kationiske overfladeaktive stoffer er nødvendig for at sikre en nøjagtig bestemmelse af den biologiske nedbrydelighed.

Dette opnås ved en ionbytningsteknik, hvor der anvendes et makroporøst ionbyttermateriale og elueringsvæsker egnede til fraktioneringseluering. Man kan således isolere sæbe, anioniske og nonioniske overfladeaktive stoffer ved én proces.

5.1.3. *Analytisk kontrol*

Efter homogenisering bestemmes koncentrationen af anioniske og nonioniske overfladeaktive stoffer i vaske- eller rengøringsmidlet i overensstemmelse med analysemetoderne til bestemmelse af MBAS og BiAS. Sæbeindholdet bestemmes ved en passende analytisk metode.

Disse analyser af produktet er nødvendige for at beregne, hvor store mængder det er nødvendigt at anvende for at fremstille fraktionerne til prøvning af den biologiske nedbrydelighed.

En kvantitativ ekstraktion er ikke nødvendig; man bør imidlertid tilsigte at få mindst 80 % af de nonioniske overfladeaktive stoffer ekstraheret. Normalt opnås 90 % eller mere.

5.2. **Princip**

Fra en homogen prøve (pulver, pasta eller tørret væske) fremstilles et ethanolekstrakt, der vil indeholde de overfladeaktive stoffer, sæbe og andre alkoholopløselige bestanddele af prøven af vaske- eller rengøringsmidlet.

Ethanolekstraktet inddampes til tørhed, opløses i en isopropanol/vand-blanding, og den opnåede opløsning sendes gennem en kombineret stærkt sur kationbytter/makroporøs anionbytter, der er opvarmet til 50° C. Denne temperatur er nødvendig for at undgå udfældning af fede syrer i det sure miljø. De nonioniske overfladeaktive stoffer fås fra eluatet efter inddampning.

Kationiske overfladeaktive stoffer, der kan forstyrre nedbrydningstesten og de analytiske procedurer, fjernes af kationbytteren, der er placeret oven på anionbytteren.

5.3. **Kemikalier og udstyr**

5.3.1. *Deioniseret vand.*

5.3.2. *Ethanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH, (tilladt denatureringsmiddel: methylethylketon eller methanol).*

5.3.3. *Isopropanol/vand-blanding (50/50 v/v):*

– 50 rumfangsdele isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, og

– 50 rumfangsdele vand (5.3.1).

5.3.4. *Ammoniumbicarbonatopløsning (60/40 v/v):*

0,3 mol NH_4HCO_3 i 1 000 ml af en isopropanol/vand-blanding, der består af 60 rumfangsdele isopropanol og 40 rumfangsdele vand (5.3.1).

5.3.5. *Kationbytter (KAT), stærkt sur, resistent mod alkohol (50-100 mesh).*

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

5.3.7. *Saltsyre, 10 % HCl w/w.*

5.3.8. *2 000 ml rundbundet kolbe med slib og tilbagesvaler.*

5.3.9. *90 mm (diameter) sugefilterholder (som kan opvarmes) til papirfiltre.*

5.3.10. *2 000 ml sugekolbe.*

5.3.11. *Ionbytterkolonne med varmekappe og hane: indre diameter 60 mm og indre højde 450 mm (se figur 4).*

5.3.12. *Vandbad.*

5.3.13. *Vacuumtørreovn.*

5.3.14. *Termostat.*

5.3.15. *Rotationsfordamper.*

5.4. Fremstilling af ekstrakt og fraseparering af nonioniske overfladeaktive stoffer

5.4.1. *Fremstilling af ekstrakt*

Den mængde overfladeaktive stoffer, der er nødvendig til nedbrydningstesten, er ca. 25 g BiAS.

Ved fremstilling af ekstrakter til nedbrydningstesten bør mængden af produktet, der tages i anvendelse, begrænses til højst 2 000 g. Det kan derfor være nødvendigt at gentage operationen flere gange for at opnå en mængde, der er tilstrækkelig til nedbrydningstesten. Erfaringen har vist, at det er en fordel at foretage et antal mindre ekstraktioner frem for én større ekstraktion.

5.4.2. *Isolering af alkoholopløselige bestanddele*

Til 1 250 ml ethanol sættes 250 g af det vaske- eller rengøringsmiddel, der skal analyseres. Blandingen opvarmes til kogning, og der koges med omrøring og tilbagesvaling i en time. Den varme alkoholopløsning hældes over på et i forvejen til 50° C opvarmet groft sugefilter, mens der suges kraftigt. Kolben og sugefiltret vaskes med ca. 200 ml varm ethanol. Filtratet og vaskevæsken opsamles i en sugekolbe.

I tilfælde af, at det er en pasta eller et flydende produkt, der skal analyseres, sikres det, at der ikke er mere end 25 g anioniske overfladeaktive stoffer og 35 g sæbe i prøven. Denne vejede

prøve inddampes til tørhed. Remanensen opløses i 500 ml ethanol og behandles som beskrevet ovenfor.

I tilfælde af pulvere med lav rumvægt (< 300 g/l) anbefales det at øge ethanolmængden til forholdet 20:1.

Det ethanoliske filtrat inddampes til tørhed, helst ved hjælp af en rotationsfordamper. Denne operation gentages, hvis en større mængde ekstrakt kræves. Remanensen opløses i 5 000 ml isopropanol/vand-blanding.

5.4.3 Fremstilling af ionbytterkolonner

KATIONBYTTERKOLONNE

600 ml kationbytter (5.3.5.) hældes op i et 3 000 ml bægerglas og dækkes ved tilsætning af 2 000 ml saltsyre (5.3.7). Blandingen henstår i mindst to timer under lejlighedsvis omrøring. Syren fradekanteres, og ionbyttermaterialet overføres til kolonnen (5.3.11) ved hjælp af deioniseret vand. Kolonnen bør være forsynet med en prop af glasuld. Kolonnen udvaskes med deioniseret vand med en væskehastighed på 10-30 ml/min., indtil eluatet er chloridfrit. Vandet fortrænges ved hjælp af 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (5.3.3), der tilsættes med en hastighed på 10-30 ml/min. Ionbytterkolonnen er nu klar.

ANIONBYTTERKOLONNE

600 ml anionbytter (5.3.6) hældes op i et bægerglas og dækkes ved tilsætning af 2 000 ml deioniseret vand. Ionbytteren henstår til kvældning i mindst to timer. Ionbyttermaterialet overføres til kolonnen ved hjælp af deioniseret vand. Kolonnen bør være forsynet med en prop af glasuld.

Kolonnen udvaskes med 0,3 M ammoniumbicarbonatopløsning (5.3.4), indtil eluatet er chloridfrit. Dette kræver ca. 5 000 ml opløsning. Der udvaskes igen med 2 000 ml deioniseret vand. Vandet fortrænges ved hjælp af 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (5.3.3), der tilsættes med en hastighed på 10-30 ml/min. Ionbytterkolonnen er nu på OH-form og klar til brug.

5.4.4 Ionbytningsproceduren

Ionbytterkolonnerne forbindes således, at kationbytterkolonnen er anbragt oven på anionbytterkolonnen. Kolonnerne opvarmes til 50° C ved hjælp af en termostat. 5 000 ml af opløsningen, der er fremstillet under 5.4.2, opvarmes til 60° C og sendes gennem ionbytterkolonnerne med en hastighed på 20 ml/min. Kolonnerne udvaskes med 1 000 ml varm isopropanol/vand-blanding (5.3.3).

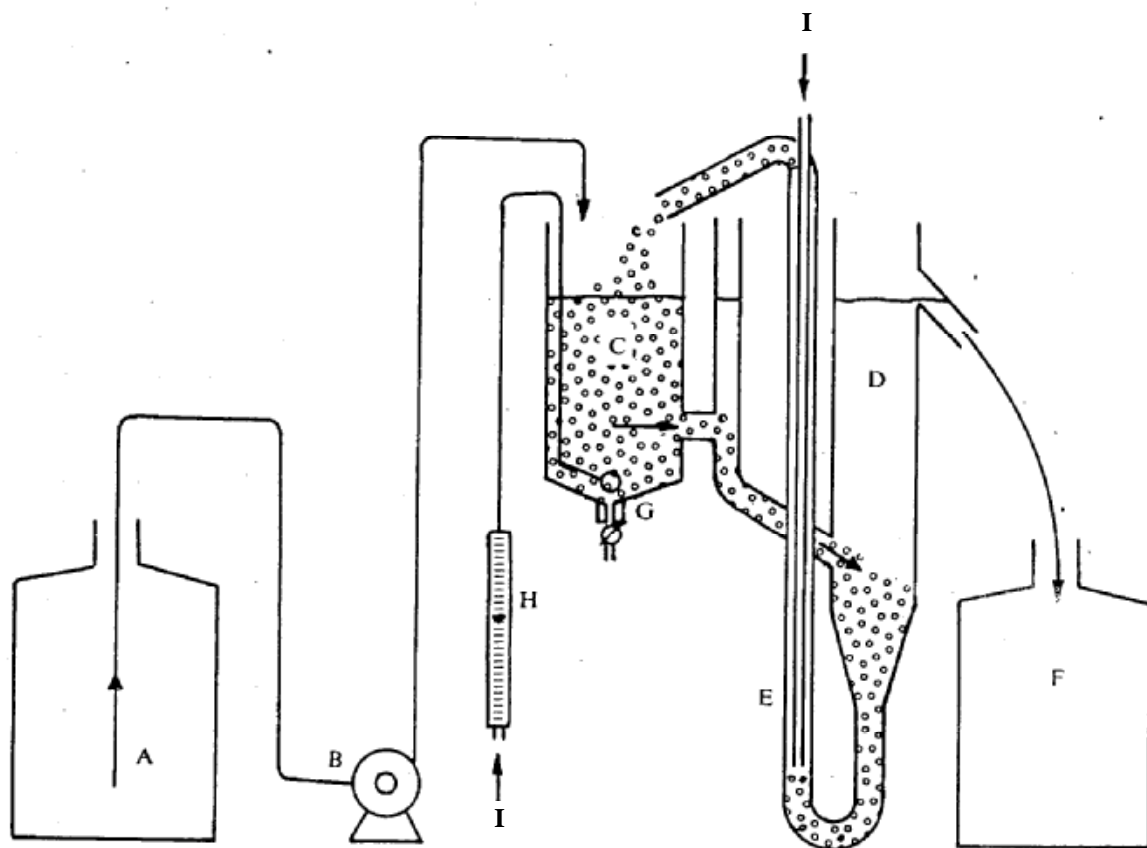
For at isolere de nonioniske overfladeaktive stoffer opsamles eluatet og vaskevæsken, som inddampes til tørhed, helst ved hjælp af en rotationsfordamper. Remanensen indeholder det ønskede BiAS. Der tilsættes deioniseret vand, indtil et defineret rumfang er opnået, og MBAS-indholdet bestemmes i en prøve. Opløsningen anvendes som en standardopløsning af nonioniske overfladeaktive stoffer til nedbrydningstesten. Opløsningen skal opbevares ved en temperatur på under 5° C.

5.4.5. Regenerering af ionbyttermaterialet

Kationbytteren bortkastes efter brug.

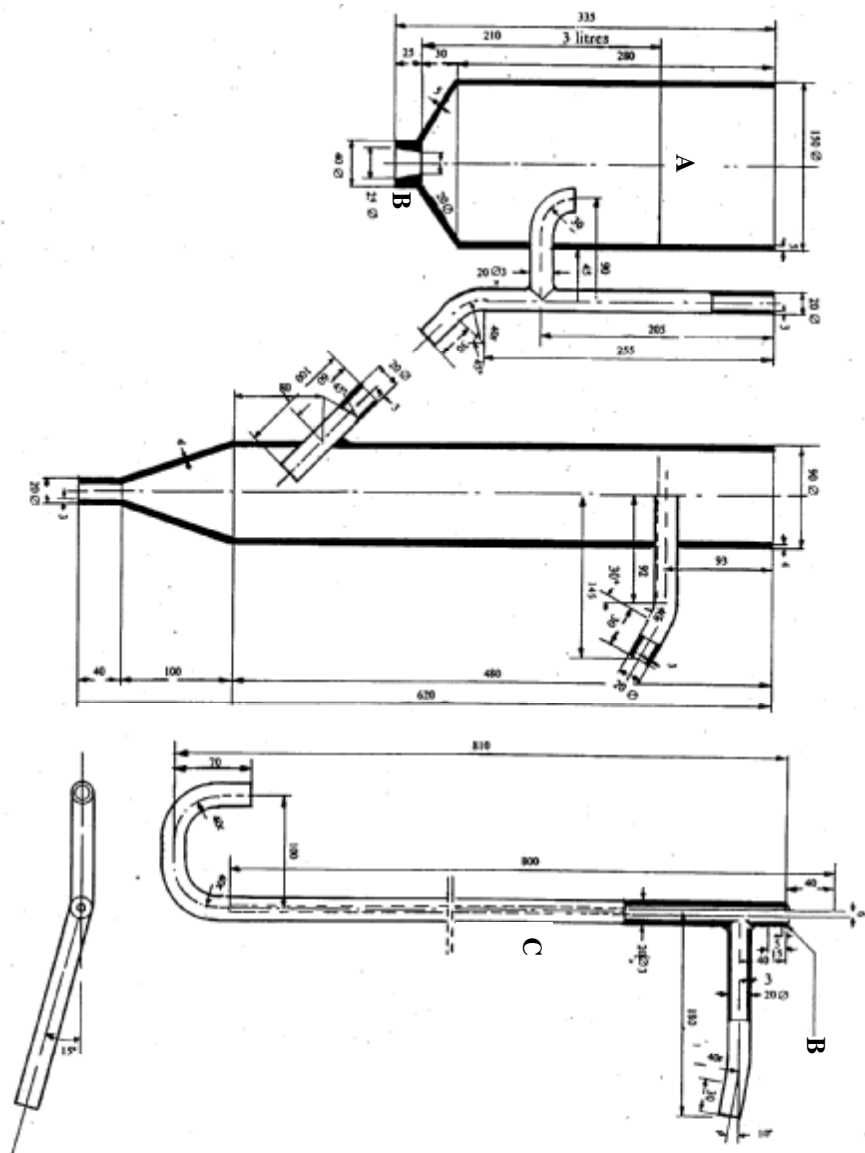
Anionbyttermaterialet kan regenereres ved at sende 5 000-6 000 ml ammoniumbicarbonatopløsning (5.3.4) gennem kolonnen med en væskehastighed på ca. 10 ml/min., indtil eluatet er frit for anioniske overfladeaktive stoffer (methylenblåt test). For at vaske sendes derefter 2 000 ml isopropanol/vand-blanding (5.3.3) gennem anionbytteren. Anionbytteren er herefter igen klar til brug.

Figur 1
Renseanlæg med aktiveret slam: grov skitse



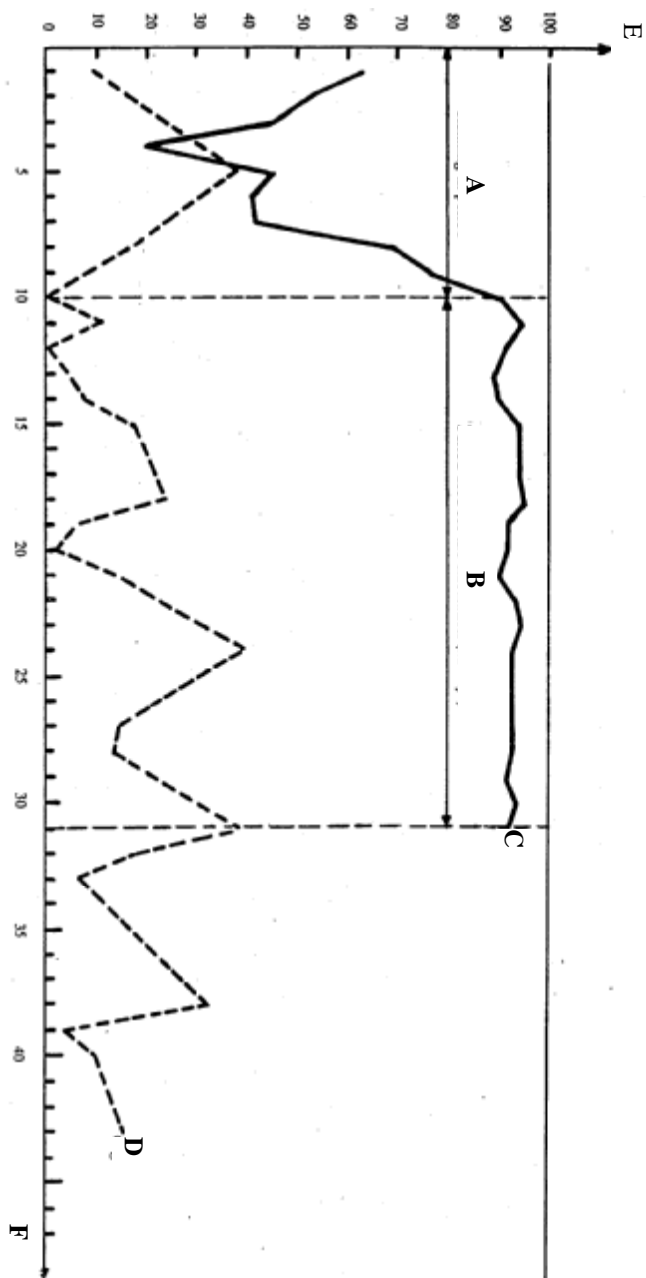
- A. Beholder til opvarmning af det kunstige spildevand
- B. Doseringspumpe
- C. Beluftningsbeholder (*kapacitet: tre liter*)
- D. Sedimentationsbeholder
- E. Air-liftpumpe
- F. Beholder til opsamling af overløb
- G. Sintret glas til beluftning
- H. Flowmeter
- I. Luft

Figur 2
Renseanlæg med aktiveret slam: detaljeret skitse
 (alle mål er i mm)



- A. Væskenniveau
- B. Hård pvc
- C. Glas eller vandtæt plast (hård pvc)

Figur 3
 Beregning af den biologiske nedbrydelighed – Kontroltest



- A. Indkøringsfase
- B. Beregningsfase (*enogtyvedage*)
- C. Let nedbrydeligt overfladeaktivt stof
- D. Svært nedbrydeligt overfladeaktivt stof
- E. Biologisk nedbrydning (%)
- F. Tid (i dage)

Figur 4
Ionbytterkolonne med varmekappe
(alle mål er i mm)

