



COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS

Bruselas, 4.9.2002
COM(2002) 485 final

2002/0216 (COD)

Propuesta de

REGLAMENTO DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO

relativo a detergentes

(presentada por la Comisión)

EXPOSICIÓN DE MOTIVOS

Artículo 1. – Objetivos

El objetivo fundamental del presente Reglamento es la libre circulación de detergentes en el Mercado interior. En concreto, moderniza las directivas existentes sobre detergentes en cuanto a la biodegradabilidad de los tensioactivos y la protección del medio ambiente en relación con esta cuestión fundamental. Los nuevos ensayos de determinación de la biodegradabilidad propuestos garantizan un nivel de protección del medio ambiente más elevado y son aplicables a todos los tipos de tensioactivos de los detergentes. Además, se convierten en obligatorios para los productos cubiertos por el presente Reglamento los requisitos especificados en la Recomendación 89/542 de la Comisión relativa al etiquetado de detergentes y productos de limpieza, así como el suministro de información específica al consumidor sobre la presencia en los detergentes de sustancias de fragancia.

Artículo 2 y anexo I. – Definiciones

La definición de «detergente» que se propone amplía el ámbito de aplicación de la legislación actual para abarcar otros usos similares, incluidos en los objetivos de esta legislación, de acuerdo con las experiencias pertinentes de aplicación en los Estados miembros.

Se introduce la definición de tensioactivos, que no existía en la legislación anterior.

Se incluyen definiciones de los conceptos de biodegradación utilizados en el Reglamento, ya que son útiles para su correcta aplicación.

Por último, se definen otros conceptos («limpieza», «lavado», «sustancia», «preparado», «comercialización», etc.) que pueden resultar de utilidad para la aplicación del presente Reglamento.

Artículos 3 a 7. – Limitaciones de comercialización

Estos artículos se refieren explícitamente a los requisitos para prohibir la comercialización de sustancias y a las condiciones para conceder excepciones.

Se ha considerado apropiado establecer un periodo transitorio de dos años a partir de la fecha de entrada en vigor del Reglamento para que los fabricantes (término que en este texto incluye a los importadores) de las sustancias afectadas puedan solicitar una excepción.

La jerarquía de los ensayos se basa en consideraciones medioambientales y, simultáneamente, trata de reducir al mínimo los gastos para los operadores económicos, ya que sólo una parte de las sustancias en cuestión tendrán que someterse a la serie completa de ensayos. Deberán hacerlo únicamente dichas sustancias.

La concesión de una excepción a las sustancias que no superen los ensayos de biodegradabilidad final establecidos en el anexo III se autorizará previa solicitud explícita de los fabricantes y mediante una Decisión de la Comisión para cada caso individual, adoptada por el procedimiento de comité.

Para obtener una excepción es necesario cumplir previamente los requisitos de biodegradabilidad primaria del anexo II y someterse a la evaluación de la información adicional exigida en el anexo IV.

Se ha considerado apropiado referirse en este Artículo a otra legislación, en particular, a la Directiva 76/769/CEE, que permite imponer restricciones de comercialización a sustancias cubiertas por el presente Reglamento como, por ejemplo, las relacionadas con las decisiones o recomendaciones de Parcom.

Se pretende desplazar la responsabilidad hacia los fabricantes, que garantizarán la realización de todos los ensayos pertinentes, en lugar de continuar con la situación actual, que depende en gran medida de las iniciativas de los Estados miembros.

Artículo 8. – Obligaciones de los Estados miembros

Se considera fundamental para alcanzar los objetivos del Reglamento establecer con precisión las medidas principales que implican la responsabilidad directa de las autoridades competentes designadas de los Estados miembros, además de las establecidas en el Artículo 3 respecto a limitaciones de comercialización.

Como ocurría con la legislación anterior, los Estados miembros deben notificar la lista de laboratorios autorizados para realizar los ensayos de referencia de acuerdo con lo dispuesto en los anexos II y III.

Artículo 9. – Obligaciones de los fabricantes

Los fabricantes de detergentes o tensioactivos para detergentes deben tener a disposición de las autoridades nacionales los expedientes técnicos correspondientes de todas las sustancias. Los Estados miembros tomarán las medidas apropiadas, incluidas acciones, para garantizar que se cumpla esta disposición.

Los fabricantes de detergentes siguen siendo responsables de comercializar únicamente preparados de detergentes que incluyan tensioactivos que cumplan la legislación y de asegurarse de tener disponible toda la información técnica exigida.

Artículo 10. – Medidas de control

Las autoridades competentes de los Estados miembros deberán tener la posibilidad de aplicar medidas de control para garantizar que los fabricantes cumplen el presente Reglamento.

Artículo 11 y anexo VIII. – Etiquetado y hoja informativa de ingredientes

Este artículo, junto con el anexo correspondiente, mantiene las disposiciones existentes sobre etiquetado, ya que éstas seguirán existiendo. Simultáneamente, y para tener en cuenta la evolución que representa la Recomendación 89/542/CEE de la Comisión relativa al etiquetado de detergentes y productos de limpieza, se hacen obligatorias las normas establecidas en sus artículos 2 y 3.

La Recomendación ha sido eficaz, ya que el nivel de cumplimiento ha sido elevado en la mayoría de los Estados miembros. Sin embargo, la presente propuesta es una buena oportunidad para combinar las normas sobre etiquetado con otras normas sobre la comercialización de detergentes.

Esta transición debe considerarse un logro de la Recomendación y no debe interpretarse en absoluto como un planteamiento contrario a los acuerdos voluntarios. La Recomendación 98/480/CE de la Comisión, relativa a prácticas respetuosas del medio ambiente aplicables a los detergentes domésticos, seguirá considerándose de manera

independiente, puesto que su ámbito de aplicación no está incluido en el presente Reglamento.

Debido a su creciente importancia, las fragancias y agentes conservantes se incluyen como elementos nuevos en relación con la Recomendación 89/542/CEE.

Se añade una nueva norma por la que los fabricantes de detergentes están obligados a poner a disposición de los profesionales de atención sanitaria un listado completo de los ingredientes de un detergente que les ayude a investigar la existencia de una relación de causa-efecto entre la exposición a una sustancia química en particular y la manifestación de una respuesta alérgica.

Artículo 12. – Procedimiento de comité

El procedimiento de comité propuesto pertenece al tipo reglamentario, como se establece en la nueva Decisión 1999/468/CE.

Artículo 13. – Adaptación de los anexos

Se propone que la revisión de los anexos I a IX siga el procedimiento de comité, ya que están relacionados con cuestiones científicas y técnicas, y no influyen en la jerarquía fundamental establecida en el cuerpo del Reglamento.

El procedimiento de comité también deberá aplicarse a los artículos 4, 5, 7, 8 y 13, relacionados con la comercialización de sustancias y preparados.

Artículo 14. – Cláusula de libertad de circulación

Este Artículo es el complemento explícito de las cláusulas sobre limitaciones de comercialización y cubre las sustancias y preparados que cumplen lo dispuesto en el Reglamento.

Artículo 15. – Cláusula de salvaguardia

El hecho de que una sustancia sea considerada fácilmente biodegradable no impide que plantee problemas relacionados con los productos de la degradación y con los índices de biodegradación en determinados tipos de usos, en particular, en casos de alto influjo en los ecosistemas.

Artículo 16. – Legislación que se sustituye

Establece las Directivas que deben ser derogadas por el presente Reglamento que cubre sus disposiciones pertinentes.

Artículo 17. – Sanciones por incumplimiento

Este Artículo exige a los Estados miembros que establezcan sanciones por incumplimiento del presente Reglamento.

Anexo I. – Productos incluidos en la definición de detergente

Enumera los productos que contienen jabón u otros tensioactivos que se consideran incluidos en la nueva definición de detergente establecida en el Artículo 2 y los define.

Anexo II. – Métodos de ensayo de biodegradabilidad primaria

Establece los métodos de ensayo y analíticos para evaluar la biodegradabilidad primaria de los tensioactivos: aniónicos, no iónicos, catiónicos y anfotéricos.

Los principales cambios en relación con los métodos de la legislación existente tienen la finalidad de abarcar, por primera vez, los tensioactivos catiónicos y anfotéricos y también los aniónicos y no iónicos que no reaccionan a los ensayos incluidos en la legislación actual. Se exige el uso de análisis instrumental en el caso de los tensioactivos que no reaccionan a los métodos semiespecíficos, de manera que todos los tensioactivos estén cubiertos.

Estos ensayos serán pertinentes en caso de no superarse los de biodegradabilidad final del anexo III y el comité examinará los casos uno por uno. Se ha considerado más oportuno conservar la posibilidad actual de elegir entre varios ensayos de biodegradabilidad primaria, pero se estipulan los métodos de referencia en caso de resultados contradictorios en diferentes Estados miembros. Estos ensayos también serán necesarios para calcular las concentraciones previstas en el medio ambiente de la sustancia madre para la evaluación del riesgo.

Anexo III. – Métodos de ensayo de biodegradabilidad final

El enfoque adoptado se basa en la parte C.4 del anexo V (determinación de la biodegradabilidad fácil) de la Directiva 67/548/CEE.

Sin embargo, se tiene en cuenta la necesidad de adaptar al progreso científico el ensayo elegido a efectos de referencia, desarrollado por ISO.

Se deberá obtener una autorización específica mediante el procedimiento de comité para utilizar algunos ensayos considerados poco adecuados en general para los tensioactivos.

En el estudio *Surfactant Ring Test-I* de mayo de 1999 (WRC) se llegó a la conclusión de que la exposición previa de los lodos a un tensioactivo durante siete días en una unidad SCAS antes de ensayar el tensioactivo mediante el método de espacio de cabeza (*headspace*) no tenía efectos uniformes sobre la biodegradación conseguida ni sobre su variabilidad, aunque en general aumentaba el grado de biodegradación. De acuerdo con los resultados de todos los laboratorios, no merece la pena utilizar esta exposición previa ligera ya que implica un gran esfuerzo para unos resultados escasos.

El anexo III propuesto se ajusta totalmente a las recomendaciones incluidas en el dictamen del CSTEE, que se resumen a continuación:

1. Los ensayos de biodegradabilidad final propuestos son una mejora en relación con los de biodegradabilidad primaria.
2. Los métodos de espacio de cabeza de ISO, y 301 B¹ y 301 D² de la OCDE son adecuados, pero la aplicabilidad de los dos métodos de la OCDE es limitada.
3. Los métodos 301 A³, 301 C⁴, 301 E⁵ y 301 F⁶ de la OCDE son menos adecuados que los anteriores.

¹ Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.C.

² Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.E.

³ Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.A.

4. No se considera deseable la adaptación previa.
5. No se considera deseable el principio de los 10 días.

Por lo tanto, los métodos de ensayo del anexo III son los mejores métodos de ensayo normalizados disponibles para la biodegradabilidad final. También son más exigentes que los de biodegradabilidad primaria utilizados en la legislación de la UE en vigor. Se calcula que el 3 % de los tensioactivos que superan el ensayo de biodegradabilidad primaria en virtud de la legislación de la UE en vigor no superarían el ensayo de biodegradabilidad final especificado en el anexo III. Además de ser más estricto que el ensayo existente, el nuevo ensayo cubre también un segmento de mercado importante compuesto por tensioactivos catiónicos y anfotéricos, que representan en torno al 10 % de los tensioactivos de detergentes y que previamente no estaban incluidos en los ensayos utilizados.

Anexo IV. – Evaluación complementaria del riesgo

Determina la información adicional necesaria sobre las sustancias que no superan los ensayos del anexo III, pero sí los del anexo II y que son objeto de excepción de acuerdo con el apartado 3 del Artículo 3.

El Reglamento (CEE) nº 793/93 del Consejo sobre evaluación y control del riesgo de las sustancias existentes establece normas detalladas sobre la recogida, transmisión y accesibilidad de la información sobre las sustancias existentes, así como sobre la valoración de los riesgos de esas sustancias para las personas y el medio ambiente con el fin de garantizar una mejor gestión de los riesgos en el marco de las disposiciones comunitarias.

La valoración de los riesgos antes de la comercialización de sustancias nuevas de acuerdo con procedimientos acordados es otro tipo de evaluación programada. Una evaluación de ese tipo y la correspondiente notificación a una autoridad competente antes de la comercialización son obligatorias en el caso de sustancias químicas, según la Directiva 92/32/CEE por la que se modifica por séptima vez la Directiva 67/548/CEE relativa a la aproximación de las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas en materia de clasificación, embalaje y etiquetado de las sustancias peligrosas. Los productos fitosanitarios y otros biocidas también tienen que superar una evaluación del riesgo antes de obtener la autorización de comercialización.

El planteamiento adoptado en este caso es establecer una evaluación complementaria *ad hoc* que no sea paralela al procedimiento de evaluación del riesgo de los dos actos legislativos antes mencionados. El objetivo de la evaluación complementaria es averiguar los motivos por los que no se supera la primera fase y constituye una oportunidad para autorizar la comercialización (en caso de que se cumplan los requisitos de biodegradabilidad primaria).

Debe tenerse en cuenta que, en cualquier caso, sólo se aplicará a las sustancias cubiertas por el futuro Reglamento sobre detergentes cuando así se exija.

Debe tomarse en consideración que los detergentes y sus ingredientes están cubiertos también por toda la legislación horizontal sobre sustancias y preparados y las correspondientes evaluaciones del riesgo.

⁴ Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.F.

⁵ Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.B.

⁶ Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.D.

De conformidad con lo anterior, el planteamiento elegido se centra en los elementos que ayudan a determinar si el resultado negativo del ensayo de biodegradabilidad fácil es fiable o no y en aportar una serie de elementos adicionales, considerados esenciales para juzgar las repercusiones ambientales del tensioactivo en cuestión y de sus productos de biodegradación.

Se han tenido en cuenta las recomendaciones del dictamen del CSTEE, en el sentido de que la evaluación del riesgo debe poner énfasis en los metabolitos posibles y que se necesita información sobre la toxicidad de dichos metabolitos, así como sobre su potencial de bioconcentración y su repartición en la fase sedimentaria. Se pone de relieve que si aparecen metabolitos recalcitrantes, debe realizarse una evaluación del riesgo, de acuerdo con la correspondiente legislación comunitaria sobre sustancias peligrosas y con los documentos de directrices técnicas correspondientes. Además, si se sospecha que alguno de los metabolitos puede actuar como perturbador endocrino, se recomienda disponer de datos sobre este peligro particular en la medida en que se disponga de protocolos validados para evaluar este tipo de efectos.

Anexo V. – Lista de excepciones

Incluye todos los tensioactivos que han obtenido una excepción.

Anexo VI. – Lista de tensioactivos prohibidos o limitados en virtud del presente Reglamento

Incluye todos los tensioactivos que no cumplen lo dispuesto en el presente Reglamento o cuyo uso se ha limitado en aplicación del mismo.

Anexo VII. – Lista de tensioactivos prohibidos en aplicación de otras disposiciones comunitarias

Incluye los tensioactivos cubiertos por el presente Reglamento limitados o prohibidos por otras disposiciones legislativas comunitarias, en particular, por la Directiva 76/769/CEE.

Anexo VIII. – Etiquetado y hoja informativa de ingredientes

Describe la forma en que se deben etiquetar en los envases de los detergentes la inclusión de determinados ingredientes, las dosis recomendadas de detergente para una carga normal de lavadora y el número de cargas de referencia de lavadora que se pueden lavar con el contenido del envase. Asimismo indica el formato que se debe utilizar para el listado de ingredientes en la hoja informativa destinada a los profesionales de atención sanitaria.

Anexo IX. – Lista de métodos de ensayo y métodos analíticos

Incluye los métodos de ensayo y los métodos analíticos aplicados a los procedimientos de control de detergentes comercializados que utilizan los Estados miembros, incluidos como anexos en la legislación sobre detergentes existente.

Propuesta de

REGLAMENTO DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO

Relativo a detergentes

(Texto pertinente a efectos del EEE)

EL PARLAMENTO EUROPEO Y EL CONSEJO DE LA UNIÓN EUROPEA,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea y, en particular, su Artículo 95,

Vista la propuesta de la Comisión⁷,

Visto el dictamen del Comité Económico y Social⁸,

De conformidad con el procedimiento establecido en el Artículo 251 del Tratado⁹,

Considerando lo siguiente:

- (1) Por motivos de claridad y eficiencia, deberían modernizarse y quedar sustituidas por un único texto la Directiva 73/404/CEE del Consejo, de 22 de noviembre de 1973, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre detergentes¹⁰ cuya última modificación la constituye la Directiva 86/94/CEE del Consejo¹¹, la Directiva 73/405/CEE del Consejo, de 22 de noviembre de 1973, referente a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros relativas a los métodos de control de la biodegradabilidad de los tensioactivos aniónicos¹², cuya última modificación la constituye la Directiva 82/243/CEE del Consejo¹³, y la Directiva 82/242/CEE del Consejo, de 31 de marzo de 1982, referente a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros relativas a los métodos de control de la biodegradabilidad de los tensioactivos no iónicos y por la que se modifica la Directiva 73/404/CEE del Consejo¹⁴. Asimismo, deberán incluirse las disposiciones sobre etiquetado de detergentes y productos de limpieza establecidas en la Recomendación 89/542/CEE de la Comisión, de 13 de septiembre de 1989, relativa al etiquetado de detergentes y productos de limpieza¹⁵.

⁷ DO C [...] de [...], p. [...].

⁸ DO C [...] de [...], p. [...].

⁹ Dictamen del Parlamento Europeo, de [...].

¹⁰ DO L 347 de 17.12.1973, p. 51.

¹¹ DO L 80 de 25.3.1986, p. 51.

¹² DO L 347 de 17.12.1973, p. 53.

¹³ DO L 109 de 22.4.1982, p. 18.

¹⁴ DO L 109 de 22.4.1982, p. 1.

¹⁵ DO L 291 de 10.10.1989, p. 55.

- (2) Conforme a los principios de subsidiariedad y proporcionalidad establecidos en el Artículo 5 del Tratado CE, los objetivos de la acción propuesta, es decir, garantizar el mercado interior de detergentes, no pueden ser alcanzados de forma individual por los Estados miembros si no existen criterios técnicos comunes en toda la Unión Europea, y pueden lograrse mejor a nivel comunitario. Esta acción debería limitarse al mínimo requerido para alcanzar dichos objetivos y no exceder de lo necesario para alcanzar los mismos. Un Reglamento es el instrumento jurídico adecuado puesto que impone directamente a los fabricantes requisitos concretos que se deberán aplicar simultáneamente y de la misma forma en todo el territorio comunitario. En el ámbito de la legislación técnica es necesaria una aplicación uniforme en los Estados miembros y solamente un Reglamento puede garantizarla.
- (3) Es necesaria una nueva definición de detergente que cubra usos equivalentes y se ajuste a la evolución en los Estados miembros.
- (4) Es necesario introducir una definición de tensioactivo, ya que no existe en la legislación actual.
- (5) Es importante hacer una descripción clara y precisa de los tipos de biodegradabilidad pertinentes.
- (6) Deberían tomarse medidas relativas a los detergentes para garantizar el funcionamiento del mercado interior y evitar obstáculos a la competencia en la Comunidad.
- (7) Como confirma el Libro Blanco de la Comisión *Estrategia para la futura política en materia de sustancias y preparados químicos*¹⁶, estas medidas deberían garantizar una elevada protección medioambiental, especialmente del medio ambiente acuático.
- (8) Los detergentes ya están sujetos a algunas disposiciones comunitarias sobre la fabricación, la manipulación adecuada, el uso y el etiquetado, en particular, en la Recomendación 89/542/CEE de la Comisión y en la Recomendación 98/480/CE de la Comisión, de 22 de julio de 1998, relativa a prácticas respetuosas del medio ambiente aplicables a los detergentes domésticos¹⁷. La Directiva 1999/45/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 31 de mayo de 1999, sobre la aproximación de las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas de los Estados miembros relativas a la clasificación, el envasado y el etiquetado de preparados peligrosos¹⁸, es aplicable a los detergentes.
- (9) El cloruro de bi(alquil sebo hidrogenado) dimetilamonio (DTDMAC) y el nonilfenol (incluidos los derivados etoxilados APE) son sustancias prioritarias para las actividades de evaluación del riesgo a escala comunitaria, de conformidad con el Reglamento (CEE) n° 793/93 del Consejo, de 23 de marzo de 1993, sobre evaluación y control del riesgo de las sustancias existentes¹⁹ y, en caso necesario, se recomendarán y pondrán en marcha estrategias adecuadas para limitar el riesgo de exposición a estas sustancias en el marco de otros instrumentos CE pertinentes.

¹⁶ Documento COM(2001) 88 final.

¹⁷ DO L 215 de 1.8.1998, p. 73.

¹⁸ DO L 200 de 30.7.1999, p. 1.

¹⁹ DO L 84 de 5.4.1993, p. 1.

- (10) La legislación existente sobre la biodegradabilidad de los tensioactivos en detergentes sólo cubre la biodegradabilidad primaria²⁰ y es aplicable únicamente a los tensioactivos aniónicos²¹ y no iónicos²². Por tanto, es necesario sustituirla por otra legislación nueva que se centre principalmente en la biodegradabilidad final para solucionar los problemas de toxicidad potencial de los metabolitos persistentes.
- (11) A tal fin es necesario introducir una nueva serie de ensayos basados en las normas EN ISO y directrices de la OCDE, que rige la concesión de autorizaciones directas para comercializar detergentes.
- (12) Con objeto de alcanzar un alto grado de protección del medio ambiente, los detergentes que no cumplan los requisitos establecidos en el presente Reglamento no se comercializarán.
- (13) El 25 de noviembre de 1999, el Comité Científico de toxicidad, ecotoxicidad y medio ambiente emitió un dictamen sobre la biodegradabilidad de los tensioactivos en detergentes y la importancia de los métodos de ensayo para el control normativo en este ámbito.
- (14) Los requisitos existentes sobre la biodegradabilidad primaria se mantendrán en la segunda fase de ensayos cuando los tensioactivos no superen los ensayos de biodegradabilidad final. Además, los tensioactivos que no superen los ensayos de biodegradabilidad primaria no podrán obtener la autorización de comercialización mediante una excepción.
- (15) Es necesario que se amplíen a todos los tensioactivos, en particular los catiónicos y los anfotéricos, los requisitos sobre biodegradabilidad primaria y que se ofrezca la posibilidad de utilizar análisis instrumentales cuando no sean adecuados los métodos analíticos semiespecíficos.
- (16) La determinación de métodos de ensayo de biodegradabilidad, la definición de criterios para las excepciones y el registro de listas de excepciones son cuestiones técnicas que se deben revisar a la luz de los progresos tanto técnicos y científicos como normativos.
- (17) Los datos obtenidos mediante los métodos de ensayo deberían ofrecer garantía suficiente de la biodegradabilidad aeróbica de los tensioactivos en detergentes.
- (18) Los resultados de los métodos de ensayo de la biodegradabilidad de los tensioactivos en detergentes pueden variar y puede ser necesario complementarlos con evaluaciones adicionales para determinar el riesgo de su uso continuado.
- (19) También se deberían establecer normas para la comercialización, en casos excepcionales, de tensioactivos en detergentes que no superen los ensayos de biodegradabilidad final, teniendo en cuenta toda la información pertinente para garantizar la protección medioambiental y de manera individualizada.

²⁰ Directiva 73/404/CEE del Consejo (DO L 347 de 17.12.1973, p. 51) y Directiva 86/94/CEE del Consejo (DO L 80 de 25.3.1986, p. 51).

²¹ Directiva 73/405/CEE del Consejo (DO L 347 de 17.12.1973, p. 53) y Directiva 82/243/CEE del Consejo (DO L 109 de 22.4.1982, p. 18).

²² Directiva 82/242/CEE del Consejo (DO L 109 de 22.4.1982, p. 1).

- (20) Dado que las medidas necesarias para la aplicación del presente Reglamento son medidas de alcance general con arreglo al Artículo 2 de la Decisión 1999/468/CE del Consejo, de 28 de junio de 1999, por la que se establecen los procedimientos para el ejercicio de las competencias de ejecución atribuidas a la Comisión²³, deberían adoptarse mediante el procedimiento de reglamentación establecido en el Artículo 5 de dicha Decisión.
- (21) Resulta apropiado hacer referencia a otras disposiciones legislativas horizontales aplicables a los tensioactivos en detergentes, en particular, la Directiva 76/769/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976²⁴, por la cual podrían limitarse o prohibirse la comercialización y el uso de sustancias peligrosas incluidas en el ámbito del presente Reglamento; la Directiva 67/548/CEE del Consejo, de 27 de junio de 1976, relativa a la aproximación de las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas en materia de clasificación, embalaje y etiquetado de las sustancias peligrosas²⁵; la Directiva 93/67/CEE de la Comisión, de 20 de julio de 1993²⁶, sobre la evaluación del riesgo, para el ser humano y el medio ambiente, de nuevas sustancias, o el Reglamento (CEE) nº 793/93 del Consejo; y el Reglamento (CE) nº 1488/94 de la Comisión, de 28 de junio de 1994, por el que se establecen los principios de evaluación del riesgo para el ser humano y el medio ambiente de las sustancias existentes²⁷.
- (22) Debería ser responsabilidad de los fabricantes abstenerse de comercializar los detergentes que no cumplan lo dispuesto en el presente Reglamento y tener a disposición de las autoridades nacionales los correspondientes expedientes técnicos de todas las sustancias y preparados incluidos en su ámbito de aplicación. Esta responsabilidad también debería extenderse a los tensioactivos que no hayan superado los ensayos citados en el anexo III.
- (23) Los fabricantes deberían contar con la posibilidad de solicitar una excepción y la Comisión debería poder otorgarla de conformidad con el procedimiento de comité establecido en el presente Reglamento.
- (24) Las autoridades competentes de los Estados miembros deberían tener la posibilidad de aplicar medidas de control a los detergentes comercializados, pero deberían evitar repetir ensayos realizados por los laboratorios competentes.
- (25) Se deberían seguir aplicando las disposiciones sobre etiquetado, incluidas las de la Recomendación 89/542/CEE relativa al etiquetado de detergentes y productos de limpieza, con el fin de alcanzar el objetivo de modernizar las normas sobre detergentes. Se introduce un etiquetado específico destinado a informar a los consumidores sobre sustancias de fragancia y agentes conservantes presentes en los detergentes. El fabricante debería proporcionar a los profesionales de atención sanitaria, previa solicitud, un listado completo de los ingredientes de un detergente que les ayude a investigar la existencia de una relación de causa-efecto entre la exposición a una sustancia química en particular y el desarrollo de una respuesta alérgica.

²³ DO L 184 de 17.7.1999, p. 23.

²⁴ DO L 262 de 27.9.1976, p. 201.

²⁵ DO L 196 de 16.8.1967, p. 1.

²⁶ DO L 227 de 8.9.1993, p. 9.

²⁷ DO L 161 de 29.6.1994, p. 3.

- (26) Por todos los motivos anteriormente expuestos, es necesaria una legislación nueva que sustituya a la existente. No obstante, los Estados miembros podrán continuar aplicando las disposiciones legislativas existentes durante un periodo no superior a dieciocho meses.
- (27) Los anexos técnicos del presente Reglamento deberán ser adaptados mediante el procedimiento de comité.
- (28) Se debería autorizar la comercialización de los detergentes que cumplan el presente Reglamento sin perjuicio de otras disposiciones comunitarias pertinentes.
- (29) Es necesaria una cláusula de salvaguardia para garantizar la protección del ser humano y del medio ambiente contra riesgos imprevistos de los detergentes.
- (30) Los ensayos especificados sobre la biodegradabilidad de los tensioactivos se deberían realizar en laboratorios que se ajusten a una norma internacional reconocida, en concreto, la norma EN/ISO/IEC/17025. No estaría justificado exigir la aplicación de este último requisito a los tensioactivos existentes, en la medida en que los ensayos disponibles para ellos se hayan realizado con anterioridad a la entrada en vigor de la citada norma y ofrezcan un nivel comparable de calidad científica.
- (31) Las cuestiones relativas a la biodegradación anaeróbica, la biodegradación de los principales ingredientes detergentes orgánicos no tensioactivos y el contenido en fosfatos deberían ser revisadas por la Comisión que, cuando lo considere justificado, presentaría una propuesta al Parlamento Europeo y al Consejo.
- (32) Las cinco Directivas y la Recomendación de la Comisión mencionadas en el considerando 1 a las que sustituye el presente Reglamento deberían quedar derogadas.

HAN ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

Objetivos y ámbito de aplicación

1. El objetivo de las normas establecidas en el presente Reglamento es conseguir la libre circulación de detergentes y tensioactivos para detergentes en el mercado interior al tiempo que garantizan una elevada protección del medio ambiente.
2. A estos efectos, el presente Reglamento introduce normas relativas a:
 - la biodegradabilidad de los tensioactivos de los detergentes y
 - el etiquetado de los detergentes.

Artículo 2

Definiciones

A los efectos del presente Reglamento, se entenderá por:

1. «Detergente» toda sustancia o preparado que contengan jabón u otros tensioactivos y que se utilicen en procesos de lavado con agua. Los detergentes podrán adoptar

cualquier forma (líquido, polvos, pasta, barra, pastilla, formas moldeadas, etc.) y estar destinados a su uso doméstico, institucional o industrial. En la sección A del anexo I se incluyen otros productos que se considerarán incluidos en el ámbito de esta definición.

2. «Lavado» limpieza de ropa, tejidos, vajilla o utensilios de cocina.
3. «Limpieza» tal como se define en la norma EN ISO 862 (*cleaning*).
4. «Sustancia» elementos químicos y sus compuestos en estado natural u obtenidos mediante cualquier proceso, incluidos los aditivos necesarios para mantener la estabilidad de los productos y las impurezas derivadas del proceso empleado, pero excluidos los disolventes que se puedan separar sin influir en la estabilidad de la sustancia ni cambiar su composición.
5. «Preparado» mezcla o solución compuesta por dos o más sustancias.
6. «Tensioactivo» toda sustancia orgánica o preparado utilizados en los detergentes que se añaden intencionadamente para limpiar, aclarar, suavizar o cualquier otro fin por sus propiedades tensioactivas y que constan de uno o varios grupos hidrófilos y de uno o varios grupos hidrófobos cuyas características y tamaño permiten la formación de micelas.
7. «Biodegradación primaria» el cambio estructural (transformación) de un tensioactivo por microorganismos con resultado de la pérdida de sus propiedades tensioactivas por degradación de la sustancia madre y la consiguiente pérdida de su capacidad tensioactiva de acuerdo con las mediciones de los métodos de ensayo enumerados en anexo II.
8. «Biodegradación aeróbica final» el nivel de biodegradación alcanzado cuando el tensioactivo sea totalmente descompuesto, en presencia de oxígeno, por microorganismos para dar dióxido de carbono, agua y sales minerales de cualquier otro elemento presente (mineralización), de acuerdo con las mediciones de los métodos de ensayo enumerados en el anexo III, y nuevos constituyentes celulares microbianos (biomasa).
9. «Comercialización» introducción en el mercado comunitario, que implica la puesta a disposición de terceros, ya sea a cambio de un pago o no. La importación al territorio aduanero comunitario se considerará comercialización.
10. «Fabricante» persona física o jurídica (incluido el importador) que comercialice un detergente o un tensioactivo para detergentes.

Artículo 3 **Comercialización**

1. Los detergentes y tensioactivos para detergentes a que hace referencia el Artículo 1 se ajustarán a las condiciones, características y límites establecidos en el presente Reglamento y sus anexos en el momento de su comercialización en el mercado comunitario.

2. Los fabricantes de detergentes o de tensioactivos para detergentes estarán establecidos en la Comunidad.
3. Los fabricantes serán responsables de la conformidad de los detergentes y tensioactivos para detergentes con lo dispuesto en el presente Reglamento y sus anexos.

Artículo 4

Limitación de la comercialización

1. Si un detergente contiene tensioactivos cuyo nivel de biodegradación aeróbica final sea inferior al estipulado en el anexo III, los fabricantes de dichos detergentes o tensioactivos para detergentes podrán solicitar una excepción. La solicitud de excepción se presentará de conformidad con lo dispuesto en los artículos 5 y 9.
2. Se medirá el nivel de biodegradabilidad primaria de todos los tensioactivos en detergentes que no superen los ensayos de biodegradación aeróbica final. No se concederá la excepción a los tensioactivos de detergentes cuyo nivel de biodegradabilidad primaria sea inferior al estipulado en el anexo II.

Artículo 5

Concesión de la excepción

1. El fabricante enviará una solicitud de excepción, acompañada de documentación acreditativa de los criterios mencionados en el apartado 1 del Artículo 6, a las autoridades competentes del Estado miembro correspondiente, a las que se refiere el apartado 1 del Artículo 8, y a la Comisión.
2. La solicitud incluirá un expediente técnico con toda la información y justificantes necesarios para la evaluación de los aspectos de seguridad relacionados con el uso específico de tensioactivos en detergentes que no cumplan los límites de biodegradabilidad, tal como se establece en los anexos II y III.

Además de los resultados de los ensayos indicados en el anexo III, el expediente técnico incluirá los resultados de ensayos tal como se establece en los anexos II y IV.

3. Las autoridades competentes de los Estados miembros que reciban las solicitudes de excepción de conformidad con los apartados 1 y 2 anteriores examinarán dichas solicitudes, evaluarán su adecuación a las condiciones de excepción e informarán de los resultados a la Comisión a la mayor brevedad.

Si la autoridad competente del Estado miembro lo considera necesario, a efectos de evaluación del riesgo que puede provocar una sustancia o preparado, podrá pedir información adicional o nuevos ensayos de verificación o confirmación, relativos a dicha sustancia o preparado o sus productos de transformación, que hayan sido objeto de notificación o información de acuerdo con el presente Reglamento.

4. La Comisión podrá conceder una excepción de conformidad con el procedimiento establecido en el apartado 2 del Artículo 12. En caso necesario, antes de conceder la excepción, la Comisión podrá efectuar una evaluación adicional de los aspectos indicados en el apartado 3 anterior.

5. Dichas excepciones podrán autorizar, limitar o restringir estrictamente la comercialización y el uso de tensioactivos en detergentes, dependiendo de los resultados de la evaluación de riesgo complementaria definida en el anexo IV del presente Reglamento. Podrán incluir un periodo de eliminación progresiva para la comercialización y el uso de los tensioactivos en detergentes.
6. La Comisión publicará la lista de tensioactivos objeto de excepción, con las condiciones o limitaciones de uso correspondientes, de acuerdo con el anexo V.

Artículo 6 **Denegación de la excepción**

1. La Comisión podrá denegar una excepción en virtud de los siguientes criterios:
 - gran volumen de uso;
 - uso en aplicaciones muy dispersivas, como el empleo en hogares, en lugar de en aplicaciones poco dispersivas como la limpieza industrial o institucional especializada;
 - las ventajas socioeconómicas no compensan los efectos sobre la salud de las personas y sobre el medio ambiente.
2. Mientras la Comisión no decida sobre una solicitud de excepción, el tensioactivo en cuestión podrá seguir utilizándose, siempre que el fabricante pueda demostrar que el tensioactivo ya estaba en uso en el mercado comunitario en la fecha de entrada en vigor del presente Reglamento y que la solicitud de excepción se presentó dentro de un plazo de dos años a partir de dicha fecha. Si la Comisión deniega una excepción para un tensioactivo, podrá definir un periodo de transición durante el cual se eliminará progresivamente su uso. Este periodo transitorio no superará los dos años.

Artículo 7 **Ensayos de tensioactivos y listado de los sujetos a prohibición o limitación de uso**

1. Todos los ensayos a los que se refieren los artículos 3 y 4 y los anexos II, III, IV y IX se llevarán a cabo de conformidad con la norma mencionada en el apartado 1 de la sección B del anexo I. En el caso de tensioactivos utilizados en detergentes comercializados con anterioridad a la entrada en vigor de la citada norma, podrán aceptarse de manera individualizada los ensayos existentes realizados conforme a los mejores conocimientos científicos disponibles y a un nivel comparable con el de dicha norma. El fabricante o el Estado miembro podrán remitir a la Comisión cualquier caso sobre el cual existan dudas o litigios. Ésta tomará una decisión de conformidad con el procedimiento establecido en el apartado 2 del Artículo 12.
2. Los tensioactivos prohibidos o cuyo uso esté limitado por no cumplir lo dispuesto en el presente Reglamento se enumeran en el anexo VI.
3. Los tensioactivos enumerados en el anexo VII también quedan prohibidos o limitados en su uso en detergentes, independientemente de los resultados de los ensayos mencionados en los anexos II, III y IV, como resultado de otras disposiciones legislativas comunitarias y, en particular, de la Directiva 76/769/CEE.

Artículo 8
Obligaciones de los Estados miembros

1. Los Estados miembros designarán la autoridad o las autoridades competentes responsables de comunicar e intercambiar información sobre la gestión del presente Reglamento e informarán a la Comisión de la denominación y la dirección completa de dichas autoridades.
2. Cada Estado miembro notificará a los demás Estados miembros y a la Comisión la lista de laboratorios autorizados, con su denominación y dirección completas, competentes para la realización de los ensayos exigidos por el presente Reglamento y sus anexos. Los Estados miembros demostrarán la competencia de los citados laboratorios de conformidad con las normas mencionadas en la sección B del anexo I.
3. Cuando la autoridad competente de un Estado miembro tenga motivos para creer que un laboratorio autorizado no posee la competencia a que se refiere en apartado 2 anterior, planteará la cuestión en el comité indicado en el Artículo 12. Si la Comisión decide que el laboratorio no posee la competencia exigida en el apartado 2, retirará el nombre de dicho laboratorio autorizado de la lista mencionada en el apartado 4. En tal caso, será de aplicación el apartado 2 del Artículo 15.
4. La Comisión publicará la lista de autoridades competentes, mencionadas en el apartado 1, y de los laboratorios autorizados, mencionados en el apartado 2, en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Artículo 9
Obligaciones de los fabricantes

1. Los fabricantes que comercialicen los preparados o las sustancias incluidos en el ámbito de aplicación del presente Reglamento pondrán a disposición de las autoridades competentes de los Estados miembros la siguiente documentación:
 - información sobre uno o varios resultados de los ensayos mencionados en el anexo III;
 - en el caso de tensioactivos que no superen los ensayos estipulados en el anexo III y para los cuales se haya solicitado una excepción según lo dispuesto en el Artículo 5:
 - i) un expediente técnico con los resultados de los ensayos exigidos en el anexo II,
 - ii) un expediente técnico con los resultados de los ensayos exigidos en el anexo IV.
2. Cuando se comercialicen sustancias o preparados incluidos en el ámbito de aplicación del presente Reglamento, el fabricante será responsable de la adecuada realización de los ensayos correspondientes antes mencionados. Asimismo, dispondrá de documentación sobre los ensayos realizados para demostrar la adecuación al Reglamento y que puede beneficiarse de los derechos de propiedad relativos a los resultados de los ensayos, cuando éstos no sean del dominio público.

3. Los fabricantes que comercialicen los preparados a que se refiere el presente Reglamento pondrán a disposición de los profesionales de atención sanitaria, a la mayor brevedad y de manera gratuita, una hoja informativa donde se enumeren todos los ingredientes, tal como establece la sección C del anexo VIII.

Artículo 10

Medidas de control

1. Las autoridades competentes de los Estados miembros podrán aplicar, cuando corresponda, medidas de control a los detergentes comercializados utilizando los métodos analíticos y de ensayo descritos en el anexo IX. Estas medidas de control no obligarán a los fabricantes a repetir los ensayos realizados por laboratorios que cumplan las condiciones indicadas en el apartado 2 del Artículo 8, ni a pagar un ensayo adicional o repetido, siempre que el ensayo inicial haya mostrado la adecuación de los detergentes, o de los tensioactivos utilizados en detergentes, con el presente Reglamento.
2. Cuando exista la duda de si los métodos de ensayo de los anexos II, III, IV o IX han dado resultados positivos falsos, las autoridades competentes del Estado miembro notificarán de ello a la Comisión que, de conformidad con el procedimiento establecido en el apartado 2 del Artículo 12, podrá verificar dichos resultados y tomar las medidas oportunas.

Artículo 11

Etiquetado

1. Lo dispuesto en el presente Artículo se aplicará sin perjuicio de lo dispuesto en materia de clasificación, envasado y etiquetado de sustancias y preparados peligrosos en la Directiva 67/548/CEE y en la Directiva 1999/45/CE sobre la aproximación de las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas de los Estados miembros relativas a la clasificación, el envasado y el etiquetado de preparados peligrosos.
2. En los envases en los que se presenten los detergentes para su venta al consumidor deberán consignarse, en caracteres legibles, visibles e indelebles, las indicaciones siguientes:
 - a) la denominación del producto;
 - b) el nombre o la razón social y la dirección o la marca registrada del responsable de su comercialización;
 - c) la dirección a la que se puede solicitar la hoja informativa mencionada en el apartado 3 del Artículo 9.

Idénticas indicaciones deberán figurar en la documentación que acompañe a los detergentes que se transporten a granel.

3. Se indicará en el envase de los detergentes su contenido de acuerdo con las especificaciones establecidas en la sección A del anexo VIII.

4. Además, los envases de los detergentes vendidos al público en general para su uso en lavadoras deberán incluir la información exigida en la sección B del anexo VIII.
5. Cuando un Estado miembro exija en su territorio el etiquetado en la lengua o lenguas nacionales, notificará de ello a la Comisión, y el fabricante cumplirá este requisito para la información especificada en los apartados 3 y 4 anteriores.

Artículo 12

Procedimiento de comité

1. La Comisión estará asistida por un comité compuesto por representantes de los Estados miembros y presidido por el representante de la Comisión.
2. En toda referencia al presente apartado se aplicarán los artículos 5 y 7 de la Decisión 1999/468/CE, de conformidad con el Artículo 8 de la misma.
3. El periodo establecido en el apartado 6 del Artículo 5 de la Decisión 1999/468/CE será de tres meses.
4. El comité adoptará su propio reglamento.

Artículo 13

Adaptación de los anexos

Las modificaciones necesarias para adaptar los anexos I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII y IX se adoptarán conforme al procedimiento establecido en el apartado 2 del Artículo 12 y, en la medida de lo posible, se basarán en normas europeas.

Artículo 14

Cláusula de libertad de circulación

Los Estados miembros no prohibirán, limitarán ni impedirán la comercialización de detergentes o tensioactivos para detergentes que se ajusten a los requisitos del presente Reglamento.

Artículo 15

Cláusula de salvaguardia

1. Si un Estado miembro tiene motivos justificados para considerar que un detergente específico, pese a cumplir los requisitos del presente Reglamento, representa un peligro para la seguridad o la salud de las personas o animales, o para el medio ambiente, podrá prohibir provisionalmente o someter temporalmente a condiciones especiales la comercialización en su territorio de dicho detergente.

Informará inmediatamente de ello a la Comisión y a los demás Estados miembros y expondrá los motivos de su decisión.

2. Una vez consultados los Estados miembros o, en su caso, el comité técnico o científico correspondiente de la Comisión, se tomará una decisión sobre el asunto en

un plazo máximo de noventa días de conformidad con el procedimiento mencionado en el apartado 2 del Artículo 12.

Artículo 16

Legislación que se sustituye

1. Quedan derogadas las siguientes Directivas a partir de la fecha de entrada en vigor del presente Reglamento:
 - Directiva 73/404/CEE
 - Directiva 73/405/CEE
 - Directiva 82/242/CEE
 - Directiva 82/243/CEE
 - Directiva 86/94/CEE
2. Toda referencia a las Directivas anteriores se considerará referida al presente Reglamento.
3. Queda derogada la Recomendación 89/452/CEE en lo que se refiere al etiquetado de los detergentes incluidos en el ámbito de la aplicación del presente Reglamento.

Artículo 17

Sanciones por incumplimiento

1. A más tardar el día de entrada en vigor del presente Reglamento, los Estados miembros establecerán:
 - medidas jurídicas o administrativas apropiadas para tratar cualquier incumplimiento de lo dispuesto en el presente Reglamento y
 - sanciones disuasivas, efectivas y proporcionadas para dicho incumplimiento.
2. Informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

Artículo 18
Entrada en vigor

El presente Reglamento entrará en vigor 18 meses después de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en [...], el

Por el Parlamento Europeo
El Presidente

Por el Consejo
El Presidente

ANEXO I

A. Lista de productos incluidos en la definición de detergente

Los siguientes productos que contienen jabón u otros tensioactivos también se consideran incluidos en la definición de detergente establecida en el apartado 1 del Artículo 2:

- «Preparación auxiliar para el lavado» destinada al prelavado, aclarado o blanqueo de ropa, ropa de casa, etc.
- «Suavizante para ropa» destinado a modificar el tacto de los tejidos en procesos complementarios a su lavado.
- «Preparado de limpieza», destinado a limpiadores domésticos generales o a la limpieza con agua de otras superficies (materiales, productos, maquinaria, artefactos mecánicos, medios de transporte y equipo relacionado, instrumentos, aparatos, etc.).
- «Otros preparados de limpieza y lavado», destinados a cualquier otro proceso realizado con agua.

B. Normas de acreditación relativas a los laboratorios competentes y autorizados para prestar el servicio necesario de comprobación del cumplimiento de los requisitos del presente Reglamento y sus anexos por los detergentes comercializados en la Comunidad

1. Normas aplicables a los laboratorios:

EN ISO/IEC 17025, Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

2. Normas aplicables a los organismos de acreditación:

EN 45003, Sistemas de acreditación de laboratorios de ensayo y calibración. Requisitos generales relativos a su funcionamiento y reconocimiento.

ANEXO II

Métodos de ensayo de biodegradabilidad primaria para tensioactivos en detergentes

La biodegradabilidad primaria se mide calculando el nivel de tensioactivos originales restante en los licores biodegradados. Este anexo comienza con una lista de los métodos de ensayo comunes para todas las clases de tensioactivos, seguida en las secciones A a D de los procedimientos de ensayo analítico específicos para cada clase de tensioactivos.

La biodegradabilidad primaria se considerará satisfactoria en un nivel mínimo del 80 %, medida de conformidad con los ensayos siguientes.

El método de referencia utilizado para los ensayos de laboratorio sobre los tensioactivos según el presente Reglamento se basa en el «procedimiento de ensayo de confirmación» del método de la OCDE, descrito en la sección 1 del anexo IX. Se permiten cambios en el procedimiento de ensayo de confirmación, siempre que se ajusten a la norma EN ISO 11733.

MÉTODOS DE ENSAYO

1. Método de la OCDE, publicado en el informe técnico de la Organización de Cooperación y de Desarrollo Económicos del 11 de junio de 1976 «Propuesta de método para la determinación de la biodegradabilidad de los agentes tensioactivos utilizados en los detergentes sintéticos».
2. Método en vigor en Francia, aprobado por *arrêté du 24 décembre 1987* publicado en el *Journal officiel de la République française*, de 30 de diciembre de 1987, página 15385, y la norma NF 73-260 (junio de 1981), editada por la *Association française de normalisation* (AFNOR).
3. Método en vigor en Alemania, establecido por el *Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln*, de 30 de enero de 1977, publicado en el *Bundesgesetzblatt*, parte I, página 244, tal como se describe en el Reglamento por el que se modifica dicho Reglamento, de 18 de junio de 1980, publicado en el *Bundesgesetzblatt*, parte I, página 706.
4. Método en vigor en el Reino Unido, llamado *Porous Pot Test*, y descrito en el informe técnico nº 70 (1978) del *Water Research Centre*.
5. «Procedimiento de ensayo de confirmación» del método de la OCDE descrito en la sección 1 del anexo IX (incluidas posibles modificaciones de las condiciones de desarrollo según propone la norma EN ISO 11733). Este será también el método de referencia empleado para la resolución de litigios.

A. Métodos analíticos para los tensioactivos aniónicos

La determinación de los tensioactivos aniónicos en los ensayos se realizará con el análisis de la sustancia activa al azul de metileno (MBAS) de acuerdo con los criterios establecidos en la sección 2 del anexo IX.

En el caso de los tensioactivos aniónicos que no reaccionen al método MBAS antes citado, o si resulta más apropiado por cuestiones de eficacia o precisión (que deberán justificarse), se aplicarán análisis instrumentales apropiados específicos para el tensioactivo objeto de estudio.

El fabricante proporcionará a las autoridades nacionales competentes del Estado miembro, a petición de las mismas, muestras del tensioactivo puro en cuestión.

B. Métodos analíticos para los tensioactivos no iónicos

La determinación de los tensioactivos no iónicos en los ensayos se realizará con el método de la sustancia activa al bismuto (BiAS) de acuerdo con el procedimiento analítico establecido en la sección 3 del anexo IX.

En el caso de los tensioactivos no iónicos que no reaccionen al método BiAS antes citado, o si resulta más apropiado por cuestiones de eficacia o precisión (que deberán justificarse), se aplicarán análisis instrumentales apropiados específicos para el tensioactivo objeto de estudio. El fabricante proporcionará a las autoridades nacionales competentes del Estado miembro, a petición de las mismas, muestras del tensioactivo puro en cuestión.

C. Métodos analíticos para los tensioactivos catiónicos

La determinación de los tensioactivos catiónicos en los ensayos se realizará con el análisis de la sustancia activa al azul de disulfina (DBAS) de acuerdo con los siguientes procedimientos DBAS:

El método usado en la República Federal de Alemania (1989) *DIN 38 409 – Ausgabe: 1989-07*.

En el caso de los tensioactivos catiónicos que no reaccionen al método de ensayo antes citado, o si resulta más apropiado por cuestiones de eficacia o precisión (que deberán justificarse), se aplicarán análisis instrumentales apropiados específicos para el tensioactivo objeto de estudio. El fabricante proporcionará a las autoridades nacionales competentes del Estado miembro, a petición de las mismas, muestras del tensioactivo puro en cuestión.

D. Métodos analíticos para los tensioactivos anfotéricos

La determinación de tensioactivos anfotéricos en los ensayos se hará mediante análisis utilizando los procedimientos siguientes:

1. *Si no hay catiónicos:*

Método usado en la República Federal de Alemania (1989) *DIN 38 409-Teil 20*.

2. *En los demás casos:*

El método Orange II (Boiteux, 1984).

En el caso de los tensioactivos anfotéricos que no reaccionen a los ensayos antes citados, o si resulta más apropiado por cuestiones de eficacia o precisión (que deberán justificarse), se aplicarán análisis instrumentales apropiados específicos para el tensioactivo objeto de estudio. El fabricante proporcionará a las autoridades competentes del Estado miembro, a petición de las mismas, muestras del tensioactivo puro en cuestión.

ANEXO III

Métodos de ensayo de biodegradabilidad final (mineralización) para tensioactivos en detergentes

A. El método de referencia utilizado para los ensayos de laboratorio sobre la biodegradabilidad final de los tensioactivos según el presente Reglamento se basa en la norma EN ISO 14593:1999 (ensayo de espacio de cabeza CO₂)

Los tensioactivos de los detergentes se considerarán biodegradables si el nivel de biodegradabilidad (mineralización), medido de conformidad con uno de los cinco ensayos siguientes²⁸, es de al menos un 60 % en un plazo de 28 días:

1. Norma EN ISO 14593:1999. *Water quality. – Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium. – Method by analysis of inorganic carbon in sealed vessels (CO₂ headspace test)*. No se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días. (Método de referencia).
2. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.C [ensayo Sturm modificado por evolución de dióxido de carbono (CO₂)]: no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días.
3. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.E (botella cerrada): no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días.
4. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.D (respirometría manométrica): no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días.
5. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.F (Ministerio de comercio internacional e industria de Japón, MITI): no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días.

B. Dependiendo de las características físicas del tensioactivo, se podrá utilizar uno de los métodos enumerados a continuación con la adecuada justificación²⁹. Es de observar que el criterio de superación de un mínimo del 70 % aplicado para estos métodos se considerará equivalente al mínimo del 60 % mencionado en los métodos incluidos en la sección A anterior. La pertinencia de la utilización de los métodos indicados a continuación se decidirá caso por caso, de acuerdo con el Artículo 5 del presente Reglamento.

1. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.A (desaparición del carbono orgánico disuelto COD): no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días. La biodegradabilidad medida de conformidad con el ensayo se considerará adecuada si alcanza como mínimo el 70 % en un plazo de 28 días.

²⁸ Estos cinco ensayos se consideran los más adecuados para los tensioactivos.

²⁹ Los métodos COD podrían dar resultados para la eliminación y no para la biodegradación final. La respirometría manométrica y el MITI no serán adecuados en algunos casos ya que la elevada concentración inicial del ensayo podría tener efectos inhibidores.

2. Método de la Directiva 67/548/CEE, anexo V.C.4.B (detección modificada de la OCDE, desaparición del COD): no se utilizará la adaptación previa. No se aplica el principio de los 10 días. La biodegradabilidad medida de conformidad con el ensayo se considerará adecuada si alcanza como mínimo el 70 % en un plazo de 28 días.

Nota: todos los métodos mencionados de la Directiva 65/548/CEE pueden consultarse también en la publicación *La clasificación, el envasado y el etiquetado de sustancias peligrosas en la Unión Europea*. Parte 2: *Métodos de ensayo*. Comisión Europea 1997. ISBN 92-828-0076-8.

ANEXO IV

Evaluación complementaria del riesgo que representan los tensioactivos de los detergentes

En el caso de los tensioactivos para los que exista una evaluación del riesgo medioambiental de conformidad con la Directiva 93/67/CEE, el Reglamento (CEE) nº 793/93 y el Reglamento (CE) nº 1488/94, y documentos de directrices técnicas, la correspondiente evaluación del riesgo se tendrá en cuenta junto con la evaluación complementaria del riesgo realizada en virtud del presente Reglamento.

La evaluación complementaria del riesgo realizada en el ámbito del presente Reglamento, si existe la probabilidad de que se produzcan metabolitos recalcitrantes, se considerará en el contexto de las evaluaciones realizadas de conformidad con la Directiva 93/67/CEE y el Reglamento (CEE) nº 793/93. Este aspecto se determinará de manera individual y, en particular, según los resultados de los ensayos citados en el punto 3 del presente anexo.

El estudio abarcará el compartimento medioambiental acuático. El comité podrá exigir información adicional relacionada con la evaluación del riesgo caso por caso. La información adicional podrá abarcar otros aspectos ambientales como los lodos residuales y el suelo.

Como se señala en el apartado 2 del Artículo 12 y en el Artículo 13, las directrices incluidas en el presente anexo sobre las decisiones de excepción podrán adaptarse según proceda basándose en la experiencia adquirida.

El expediente técnico citado en los artículos 5 y 9, incluirá al menos la información que figura continuación.

1. **Identificación del tensioactivo** (de conformidad con lo dispuesto en la sección A del anexo VII de la Directiva 67/548/CEE.)
 - 1.1. *Denominación*
 - 1.1.1. Denominación según la nomenclatura de la IUPAC
 - 1.1.2. Otras denominaciones
 - 1.1.3. Número y denominación del CAS (si se dispone de ellos)
 - 1.1.4. Números EINECS³⁰ o ELINCS³¹ (si se dispone de ellos)
 - 1.2. *Fórmula molecular y fórmula estructural*
 - 1.3. *Composición del tensioactivo*

³⁰ Inventario europeo de sustancias químicas existentes.

³¹ Lista europea de sustancias químicas notificadas.

2. **Información sobre el tensioactivo**

2.1. *Cantidades del tensioactivo utilizado en detergentes*

2.2. La información sobre patrones de uso que aporta la presente sección será suficiente para permitir calcular, de forma aproximada pero realista, la función y la exposición medioambiental al tensioactivo relacionadas con su utilización en detergentes. Incluirá lo siguiente:

- la importancia de la aplicación (valor para la sociedad)
- las condiciones de utilización (hipótesis de emisión)
- el volumen de uso
- la disponibilidad e idoneidad de alternativas (rendimiento y consideraciones económicas)
- evaluación de la información medioambiental pertinente.

3. **Información sobre posibles metabolitos recalcitrantes**

Se facilitará información sobre la toxicidad de los licores de ensayo. Si no se dispone de datos sobre la identificación de los residuos, podrá solicitarse la información mencionada en el punto 4.2.1 *infra*, según el riesgo potencial, la importancia y la cantidad del tensioactivo utilizado en detergentes. En caso de que esta información sea contradictoria, se podrá tomar una decisión de conformidad con el apartado 2 del Artículo 12.

4. **Estudios adicionales**

4.1. *Ensayos de biodegradabilidad*

4.1.1. Inóculo preadaptado

Se podrá realizar con un inóculo preadaptado cualquiera de los ensayos descritos en el anexo III con el fin de aportar pruebas sobre la pertinencia de la adaptación previa del tensioactivo.

4.1.2. Ensayos de biodegradabilidad inherente

Se incluirá al menos uno de los ensayos indicados a continuación:

- Método de la Directiva 67/548/CEE anexo V.C.12 (ensayo SCAS modificado)
- Método de la Directiva 67/548/CEE anexo V.C.9 (Zahn-Wellens).

No superar el ensayo de biodegradabilidad inherente indicaría un potencial de persistencia, lo que, en términos generales, puede considerarse suficiente para prohibir la comercialización del tensioactivo en cuestión a menos que, como se indica en el Artículo 5, haya otros motivos justificables para conceder una excepción.

4.1.3. Ensayos de biodegradabilidad de simulación de lodos activados

Se incluirán los ensayos citados a continuación:

- Método de la Directiva 67/548/CEE anexo V.C.10

(incluidos posibles cambios de las condiciones de funcionamiento según propone la norma EN ISO 11733).

No superar el ensayo de biodegradabilidad de simulación de lodos activados indicaría un potencial de emisión de metabolitos en el tratamiento de las aguas residuales, lo que, en términos generales, puede considerarse como prueba de la necesidad de una evaluación del riesgo más completa.

4.2. Toxicidad de licores de ensayo de biodegradabilidad

La información sobre la toxicidad de los licores de ensayo se referirá a:

4.2.1. Información química y física, tal como:

- Identificación del metabolito (y medios analíticos empleados para su obtención)
- propiedades físico-químicas fundamentales: solubilidad en agua, coeficiente de reparto octanol/agua ($\log P_{o/w}$), etc.

4.2.2. Efectos sobre los organismos

Peces: se recomienda el ensayo del anexo V.C.1 de la Directiva 67/548/CEE

Dafnia: se recomienda el ensayo del anexo V.C.2 de la Directiva 67/548/CEE

Algas: se recomienda el ensayo del anexo V.C.3 de la Directiva 67/548/CEE

Bacterias: se recomienda el ensayo del anexo V.C.11 de la Directiva 67/548/CEE

4.2.3. Degradación

Biótica: se recomienda el ensayo del anexo V.C.5 de la Directiva 67/548/CEE

Abiótica: se recomienda el ensayo del anexo V.C.7 de la Directiva 67/548/CEE. La información que se aportará considerará asimismo el potencial de bioconcentración de los metabolitos y su repartición en la fase sedimentaria.

Además, si se sospecha que algunos metabolitos pueden actuar como perturbadores endocrinos, se recomienda determinar si pueden dar lugar a efectos negativos tan pronto como se disponga de planes de ensayo validados para evaluar dichos efectos negativos.

Nota: todos los métodos mencionados de la Directiva 67/548/CEE pueden consultarse también en la publicación *La clasificación, el envasado y el etiquetado de sustancias peligrosas en la Unión Europea. Parte 2: Métodos de ensayo*. Comisión Europea 1997. ISBN 92-828-0076-8.

ANEXO V
Lista de tensioactivos objeto de excepción

Se permite la comercialización de los siguientes tensioactivos de detergentes que han superado los ensayos establecidos en el anexo II, pero no los establecidos en el anexo III, por excepción según lo estipulado en el Artículo 5 y de conformidad con el procedimiento mencionado en el apartado 2 del Artículo 12 del presente Reglamento.

DENOMINACIÓN SEGÚN LA NOMENCLATURA DE LA IUPAC	NÚMERO EINECS O ELINCS	NÚMERO Y DENOMINACIÓN DEL CAS	LIMITACIONES

EINECS (*European Inventory of Existing Commercial Substances*) es el Inventario europeo de sustancias químicas comercializadas existentes. Dicho inventario establece la lista definitiva de todas las sustancias que en principio se encontraban en el mercado comunitario el 18 de septiembre de 1981.

ELINCS es la lista de sustancias nuevas según la definición de la Directiva 92/32/CEE del Consejo, de 30 de abril de 1992, por la que se modifica por séptima vez la Directiva 67/548/CEE relativa a la aproximación de las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas en materia de clasificación, embalaje y etiquetado de sustancias peligrosas³².

³² DO L 154 de 5.6.1992, p. 1.

ANEXO VI
Lista de tensioactivos de detergentes prohibidos o limitados

Se considera que los siguientes tensioactivos de detergentes no cumplen lo dispuesto en el presente Reglamento:

DENOMINACIÓN SEGÚN LA NOMENCLATURA DE LA IUPAC	NÚMERO EINECS O ELINCS	NÚMERO Y DENOMINACIÓN DEL CAS	LIMITACIONES

EINECS (*European Inventory of Existing Commercial Substances*) es el Inventario europeo de sustancias químicas comercializadas existentes. Dicho inventario establece la lista definitiva de todas las sustancias que en principio se encontraban en el mercado comunitario el 18 de septiembre de 1981.

ELINCS es la lista de sustancias nuevas según la definición de la Directiva 92/32/CEE.

ANEXO VII
Lista de tensioactivos de detergentes prohibidos o limitados
en aplicación de otras disposiciones legislativas comunitarias

La siguiente lista de tensioactivos de detergentes incluye los tensioactivos recogidos en el ámbito de aplicación del presente Reglamento y prohibidos o limitados por otras disposiciones legislativas comunitarias, en particular, por la Directiva 76/769/CEE³³.

DENOMINACIÓN SEGÚN LA NOMENCLATURA DE LA IUPAC	LEGISLACIÓN APLICADA	NÚMERO EINECS O ELINCS	NÚMERO Y DENOMINACIÓN DEL CAS	LIMITACIONES

EINECS (*European Inventory of Existing Commercial Substances*) es el Inventario europeo de sustancias químicas comercializadas existentes. Dicho inventario establece la lista definitiva de todas las sustancias que en principio se encontraban en el mercado comunitario el 18 de septiembre de 1981.

ELINCS es la lista de sustancias nuevas según la definición de la Directiva 92/32/CEE del Consejo.

³³ Puede hacer referencia, según corresponda, a requisitos de aplicación de acuerdos u organizaciones internacionales.

ANEXO VIII

Etiquetado y hoja informativa de ingredientes

A. Etiquetado del contenido

Tal y como establece el apartado 3 del Artículo 11 del presente Reglamento, las siguientes normas sobre el etiquetado se aplicarán a los envases de los detergentes destinados a su venta al público.

Los siguientes intervalos de porcentaje en peso:

- inferior al 5 %
- igual o superior al 5 % pero inferior al 15 %
- igual o superior al 15 % pero inferior al 30 %
- igual o superior al 30 %

se utilizarán para indicar el contenido de los componentes enumerados a continuación si su concentración supera el 0,2 % en peso:

- fosfatos
- fosfonatos
- tensioactivos aniónicos
- tensioactivos catiónicos
- tensioactivos anfotéricos
- tensioactivos no iónicos
- blanqueantes oxigenados
- blanqueantes clorados
- EDTA
- ácido nitrilotriacético
- fenoles y fenoles halogenados
- paradiclorobenceno
- hidrocarburos aromáticos
- hidrocarburos alifáticos
- hidrocarburos halogenados
- jabón

- zeolitas
- policarboxilatos

En el caso de otros componentes, si los hubiera, no se aplicarán los intervalos porcentuales anteriores ni el umbral de concentración del 0,2 %. Las siguientes clases de componentes, si se añaden, deberán figurar siempre en la etiqueta, sea cual sea su concentración:

- enzimas
- desinfectantes

Los agentes conservantes, si se añaden, deberán figurar en la etiqueta, sea cual sea su concentración, y se utilizará para ello, siempre que sea posible, la nomenclatura común establecida en el Artículo 8 de la Directiva 76/768/CEE.

Si se añaden, las fragancias incluidas en la lista de ingredientes perfumantes alergénicos, establecida en primer lugar por el Comité científico de los productos cosméticos y de los productos no alimentarios en su Dictamen SCCNFP/0017/98³⁴, deberán figurar en la etiqueta según la nomenclatura establecida por dicho Comité, sea cual sea su concentración.

Los detergentes destinados a su uso en el sector industrial, que no estén a la venta al público, no deberán forzosamente ajustarse a los requisitos anteriores si se proporciona la información correspondiente mediante fichas de datos técnicos o de datos de seguridad, o mediante otro sistema similar apropiado.

B. Etiquetado de la información sobre dosificación

Tal y como establece el apartado 4 del Artículo 11 del presente Reglamento, las siguientes normas sobre el etiquetado se aplicarán a los envases de los detergentes destinados a su venta al público. En el envase de los detergentes vendidos al público en general para su uso como detergente para lavadoras se incluirá la información siguiente:

- Las cantidades recomendadas y/o las instrucciones de dosificación, expresadas en mililitros o gramos, adecuadas para una carga normal de lavadora y según varias clases especificadas de dureza del agua y previendo procesos de lavado de uno o dos ciclos.
- El número de cargas de referencia de lavadora con ropa de «suciedad normal» que se pueden lavar con el contenido del paquete en agua de dureza media, correspondiente a 2,5 mmol CaCO₃/l.
- Si el envase contuviera un vaso de dosificación, éste llevará marcada su capacidad en mililitros o gramos.

La carga de referencia de una lavadora es de 4,5 kg de ropa seca para los detergentes de gran potencia y de 2,5 kg de ropa seca para los detergentes de potencia normal, según la definición de la Decisión 1999/476/CE por la que se establecen los criterios ecológicos para la concesión de la etiqueta ecológica comunitaria a los detergentes para ropa. Se considerará que los

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

detergentes son de gran potencia a menos que el fabricante o importador declare su utilización predominante para el cuidado de la ropa, es decir, para lavar en agua fría, fibras delicadas y color.

C. Hoja informativa de ingredientes

Lo dispuesto en esta sección se aplicará al listado de ingredientes en la hoja informativa mencionada en el apartado 3 del Artículo 9 del presente Reglamento.

Dicha hoja informativa indicará la denominación del detergente y del fabricante.

Incluirá todos los ingredientes; éstos se enumerarán en orden decreciente por peso, y la lista se dividirá en los siguientes intervalos de porcentaje en peso:

- superior al 10 %
- igual o superior al 1 % pero inferior al 10 %
- igual o superior al 0,1 % pero inferior al 1 %
- inferior al 0,1 %

Las impurezas no se considerarán ingredientes.

Para cada ingrediente se indicará la denominación química común o la denominación UIPAC³⁵, el número del CAS y, cuando sea posible, la denominación INCI³⁶ y de la Farmacopea Europea.

³⁵ Unión internacional de química pura y aplicada.

³⁶ Nomenclatura internacional de ingredientes cosméticos.

ANEXO IX

Métodos de ensayo y métodos analíticos

Los siguientes métodos de ensayo y analíticos se aplican a los procedimientos de control de detergentes comercializados que utilizan los Estados miembros.

1. MÉTODO DE REFERENCIA (ensayo de confirmación)

1.1. Definición

Este método describe un modelo de laboratorio con lodos activados y decantador secundario diseñado para simular una planta municipal de tratamiento de aguas residuales. Las condiciones descritas se han extraído de las Directivas anteriores al presente Reglamento. Se podrán aplicar a este método condiciones de funcionamiento mejoradas de acuerdo con el estado de la técnica, tal como describe la norma EN ISO 11733.

1.2. Equipo necesario

El método de medida se basará en el empleo de una pequeña planta de lodos activados, cuyo esquema básico se representa en la figura 1 y, de forma más detallada, en la figura 2. El equipo estará compuesto por un recipiente A para almacenar las aguas residuales sintéticas, una bomba dosificadora B, una cuba de aireación C, un decantador D, una bomba de aire comprimido E para reciclar el lodo activado y un recipiente F para recoger el efluente tratado.

Los recipientes A y F deberán ser de vidrio o de una materia plástica apropiada y de una capacidad de 24 l, como mínimo. La bomba B deberá asegurar un flujo constante de agua residual sintética hacia la cuba de aireación que, durante una operación normal, deberá contener 3 l de mezcla. En el vértice del cono interior de la cuba C se suspenderá un difusor de vidrio fritado g para la aireación. La cantidad de aire inyectado a través del dispositivo de aireación se controlará con un caudalímetro H.

1.3. Agua residual sintética

Para efectuar el presente ensayo, se utilizará agua residual sintética. Se disolverán en agua del grifo las siguientes sustancias. Por cada litro de agua:

- 160 mg de peptona
- 110 mg de extracto de carne
- 30 mg de urea, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$
- 7 mg de cloruro sódico, NaCl
- 4 mg de cloruro cálcico, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 2 mg de sulfato magnésico, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 28 mg de monohidrógenofosfato potásico, K_2HPO_4
- y 10 ± 1 mg del tensioactivo.

El agua residual sintética deberá prepararse de nuevo cada día.

1.4. Preparación de las muestras

Los tensioactivos que no formen parte de un preparado se examinarán en su estado original. Para preparar el agua residual sintética se deberá determinar previamente el contenido activo del tensioactivo (1.3).

1.5. Funcionamiento de la instalación

En primer lugar, se llenarán la cuba de aireación C y el decantador D con agua residual sintética. El decantador D deberá fijarse a la altura precisa para que el volumen contenido en la cuba de aireación C sea de 3 l. La inoculación se efectuará introduciendo 3 ml de un efluente secundario de buena calidad, recién extraído de una planta de tratamiento que trabaje principalmente con aguas residuales domésticas. El efluente deberá mantenerse bajo condiciones aerobias durante el periodo de tiempo comprendido entre el muestreo y su aplicación. Seguidamente se pondrán en funcionamiento el dispositivo de aireación G, la bomba de aire comprimido E y la bomba dosificadora B. El agua residual sintética deberá pasar a través de la cuba de aireación C a razón de 1 l por hora, lo cual equivale a un tiempo medio de retención de 3 horas.

Se regulará el ritmo de aireación de manera que el contenido de la cuba C se mantenga constantemente en suspensión y que el contenido en oxígeno disuelto sea de 2 mg/l, como mínimo. Se impedirá la formación de espuma por medios apropiados. No obstante, no se utilizarán antiespumantes que tengan una acción inhibidora sobre los lodos activados o que contengan tensioactivos. La bomba E deberá ser regulada de manera que en la cuba de aireación C se produzca un reciclaje continuo y regular del lodo activado salido del decantador. El lodo que se haya acumulado en la parte superior de la cuba de aireación C, en el fondo del decantador D o en el circuito de circulación deberá ponerse de nuevo en circulación, al menos una vez al día, mediante un escobillón o cualquier otro medio apropiado. Cuando el lodo deje de sedimentar, se podrá favorecer la decantación mediante la aportación, repetida si fuese necesario, de dosis de 2 ml de una solución al 5 % de cloruro férrico.

El efluente del decantador D recogido en el colector F permanecerá en el mismo durante 24 horas, transcurridas las cuales, y previa homogeneización de la mezcla, se tomará una muestra. Una vez efectuadas estas operaciones, se limpiará cuidadosamente el colector F.

1.6. Control del dispositivo de medida

Inmediatamente antes de usar el agua residual sintética, se determinará su contenido en tensioactivo (en mg/l).

El contenido en tensioactivo (en mg/l) del efluente retenido durante 24 horas en el colector F se determinará, utilizando el mismo método de análisis, inmediatamente después de la toma; de lo contrario, las muestras deberán conservarse, preferentemente por congelación. La concentración se determinará con una precisión de 0,1 mg/l de tensioactivo.

Para comprobar la eficiencia del proceso, se determinará, al menos dos veces por semana, la demanda química de oxígeno (DQO) o el carbono orgánico disuelto (COD) del efluente acumulado en el colector F filtrado a través de fibra de vidrio y del agua residual sintética filtrada almacenada en la cuba A, también después de filtrado.

La disminución en la DQO o en el COD se estabilizará cuando la biodegradación diaria del tensioactivo sea más o menos regular, es decir, al final del período inicial indicado en la figura 3.

El contenido en materias secas minerales del lodo activado de la cuba de aireación se determinará dos veces por semana (en g/l). Si sobrepasa 2,5 g/l, se eliminará el exceso de lodo activado.

El ensayo de biodegradación se efectuará a la temperatura ambiente; dicha temperatura deberá ser regular y mantenerse entre 19-24 °C.

1.7. Cálculo de la biodegradabilidad

El porcentaje de degradación de tensioactivo se deberá calcular diariamente a partir del contenido en tensioactivo (expresado en mg/l) del agua residual sintética y del efluente correspondiente recogido en el colector F.

Los valores obtenidos se representarán gráficamente, según se indica en la figura 3.

La degradabilidad del tensioactivo se calculará tomando la media aritmética de los valores obtenidos en el curso de los 21 días siguientes al período inicial y de adaptación, durante los cuales la degradación deberá haber sido regular y la planta deberá haber funcionado sin ninguna perturbación. La duración del período inicial de adaptación no será, en ningún caso, superior a seis semanas.

Los valores de degradación diarios se calcularán con una precisión de 0,1 %, pero el resultado final se redondeará a números enteros.

En algunos casos, se podrá reducir la frecuencia del muestreo pero, para calcular la media, se utilizarán, como mínimo, los resultados de 14 tomas distribuidas a lo largo del período de 21 días que sigue al período inicial.

2. DETERMINACIÓN DE LOS TENSIOACTIVOS ANIÓNICOS EN LOS ENSAYOS DE BIODEGRABILIDAD

2.1. Principio

El método se basa en la propiedad del azul de metileno, colorante catiónico, de formar con los tensioactivos aniónicos sales azules (MBAS³⁷) que pueden extraerse con cloroformo. A fin de evitar las interferencias, la extracción se efectuará, primero, a partir de una solución alcalina procediéndose a continuación a agitar el extracto con una solución ácida de azul de metileno. La absorbencia de la fase orgánica separada se medirá por fotometría a la longitud de onda de absorción máxima de 650 nm.

³⁷ MBAS significa sustancia activa al azul de metileno (*methylene blue active substance*).

2.2. Reactivos y equipo

2.2.1. *Solución tampón pH 10*

Disolver 24 g de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) grado analítico y 27 g de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) grado analítico en agua desionizada y diluir hasta 1 000 ml.

2.2.2. *Solución neutra de azul de metileno*

Disolver 0,35 g de azul de metileno grado analítico en agua desionizada y diluir hasta 1 000 ml. Preparar la solución al menos 24 horas antes de su uso. La absorbencia de la fase de cloroformo del ensayo en blanco, comparada con la del cloroformo puro, no deberá sobrepasar 0,015 por 1 cm de espesor de la capa a 650 nm.

2.2.3. *Solución ácida de azul de metileno*

Disolver 0,35 g de azul de metileno grado analítico en 500 ml de agua desionizada y mezclar con 6,5 ml de H_2SO_4 ($d = 1,84 \text{ g/ml}$). Diluir hasta 1 000 ml con agua desionizada. Preparar la solución al menos 24 horas antes de su uso. La absorbencia de la fase de cloroformo del ensayo en blanco, comparada con la del cloroformo puro, no deberá sobrepasar 0,015 por 1 cm de espesor de la capa a 650 nm.

2.2.4. *Cloroformo (triclorometano) CHCl_3 grado analítico, recientemente destilado*

2.2.5. *Metiléster del ácido dodecibencenosulfónico*

2.2.6. *Solución de hidróxido de potasio en etanol, KOH 0,1 M*

2.2.7. *Etanol puro, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$*

2.2.8. *Ácido sulfúrico, H_2SO_4 0,5 M*

2.2.9. *Solución de fonolftaleína*

Disolver 1 g de fonolftaleína en 50 ml de etanol y añadir 50 ml de agua desionizada agitando continuamente. Eliminar por filtración cualquier precipitado obtenido.

2.2.10. *Ácido clorhídrico y metanol: 250 ml de ácido clorhídrico concentrado grado analítico y 750 ml de metanol*

2.2.11. *Embudo de decantación de 250 ml*

2.2.12. *Matraz aforado de 50 ml*

2.2.13. *Matraz aforado de 500 ml*

2.2.14. *Matraz aforado de 1 000 ml*

2.2.15. *Matraz de fondo redondo con esmerilado cónico y condensador de reflujo de 250 ml; granulados para facilitar la ebullición*

2.2.16. *pH-metro*

2.2.17. *Fotómetro para medidas a 650 nm, con células de 1 a 5 cm*

2.2.18. *Papel de filtro cualitativo*

2.3. **Método**

Las muestras para analizar no deberán tomarse a través de una capa de espuma.

Después de haber sido cuidadosamente limpiado con agua, el equipo utilizado para el análisis se enjuagará completamente con una solución de ácido clorhídrico y metanol (2.2.10), y con agua desionizada inmediatamente antes de utilizarlo.

Filtrar los afluentes y efluentes de la planta de lodos activados que se vayan a examinar inmediatamente después de efectuado el muestreo. Desechar los primeros 100 ml de los filtrados.

Colocar un volumen medido de la muestra, neutralizado en caso necesario, en un embudo de decantación de 250 ml (2.2.11). El volumen de la muestra deberá contener entre 20 y 150 µg de MBAS. Si el contenido en MBAS fuese menor, se podrán utilizar hasta 100 ml de la muestra. En caso de utilizar menos de 100 ml, se diluirá la muestra en agua desionizada hasta obtener 100 ml. Añadir a la muestra 10 ml de la solución tampón (2.2.1), 5 ml de la solución neutra de azul de metileno (2.2.2) y 15 ml de cloroformo (2.2.4). Agitar la mezcla uniformemente y sin demasiada energía durante un minuto. Después de la separación de fases, se pasará la capa de cloroformo a un segundo embudo de decantación que contenga 110 ml de agua desionizada y 5 ml de solución ácida de azul de metileno (2.2.3). Agitar la mezcla durante un minuto. Hacer pasar la capa de cloroformo a través de un filtro de algodón hidrófilo, previamente lavado con alcohol y empapado de cloroformo, a un matraz aforado (2.2.12).

Extraer, por tres veces, las soluciones alcalinas y ácidas, realizando la segunda y la tercera extracción con 10 ml de cloroformo. Filtrar los extractos combinados de cloroformo a través del mismo filtro de algodón hidrófilo y aforar en el matraz de 50 ml (2.2.12) con el cloroformo utilizado en el segundo lavado del algodón hidrófilo. Medir la absorbencia de la solución de cloroformo con un fotómetro de 650 nm en células de 1 a 5 cm comparándola con la del cloroformo puro. Aplicar todo el proceso a una determinación en blanco.

2.4. **Curva de calibración**

Preparar una solución de calibración a partir de la sustancia patrón metiléster del ácido dodecilbencenosulfónico (tetrapropileno tipo PM 340) después de saponificación en la sal de potasio. La MBAS se expresará como dodecilbencenosulfonato de sodio (PM 348).

Pesar con una pipeta pesadora de 400 a 450 mg de metiléster del ácido dodecilbencenosulfónico (2.2.5) con una aproximación de 0,1 mg en un matraz de fondo redondo y añadir 50 ml de solución de hidróxido de potasio en etanol (2.2.6) y algunos granulados para facilitar la ebullición. Después de montar el condensador de reflujo, hacer hervir durante una hora. Una vez enfriado, lavar el condensador y la junta esmerilada de vidrio con unos 30 ml de etanol y añadir dichos lavados al contenido del matraz. Valorar la solución de ácido sulfúrico hasta la decoloración de la fenolftaleína. Transferir dicha solución a un matraz aforado de 1 000 ml (2.2.14), enrasar con agua desionizada y mezclar.

A continuación volver a diluir una parte de esta solución madre del tensioactivo. Transferir una alícuota de 25 ml a un matraz aforado de 500 ml (2.2.13), enrasar con agua desionizada y mezclar.

Esta solución patrón contiene:

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

donde E es el peso de la muestra en mg.

Para establecer la curva de calibración, extraer 1, 2, 4, 6 y 8 ml de la solución patrón y diluir cada una de dichas tomas hasta 100 ml con agua desionizada. A continuación, proceder como se indica en el punto 2.3 (incluyendo un ensayo de determinación en blanco).

2.5. Cálculo de los resultados

La curva de calibración (2.4) indica la cantidad de tensioactivos aniónicos (MBAS) de la muestra. El contenido en MBAS de la muestra se obtendrá mediante la fórmula siguiente:

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

donde V = el volumen en ml de la muestra utilizada.

Los resultados se expresarán como dodecilbencenosulfonato de sodio (PM 348).

2.6. Expresión de los resultados

Los resultados deben expresarse en mg/l MBAS con una precisión de 0,1 mg.

3. DETERMINACIÓN DE LOS TENSIOACTIVOS NO IÓNICOS EN LOS ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD

3.1 Principio

Los tensioactivos pueden ser concentrados y aislados mediante el paso de una corriente de gas. En la muestra utilizada, la cantidad de tensioactivo no iónico deberá ser del orden de 250 - 800 µg.

Durante el arrastre, el tensioactivo se disolverá en acetato de etilo.

Después de la separación de las fases y evaporación del disolvente, el tensioactivo no iónico se precipitará en solución acuosa con el reactivo de Dragendorff modificado ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ácido acético glacial}$).

A continuación se procederá a filtrar el precipitado, lavarlo con ácido acético glacial y disolverlo en una solución de tartrato de amonio. El bismuto presente en la solución se valorará potenciométricamente con una solución de pirrolidinaditiocarbamato a pH 4-5, utilizando un electrodo indicador de platino pulimentado y un electrodo de referencia de calomelanos o de plata/cloruro de plata. El método será aplicable a los tensioactivos no iónicos que contengan entre 6 y 30 unidades de óxido de alqueno.

El resultado de la valoración se multiplicará por el factor empírico de 54 para convertirlo en el producto de referencia: nonilfenol condensado con 10 mol de óxido de etileno (NP 10).

3.2. Reactivos y equipo

Los reactivos deberán prepararse en agua desionizada.

3.2.1. *Acetato de etilo puro, recién destilado*

3.2.2. *Bicarbonato sódico NaHCO_3 , grado analítico*

3.2.3. *Ácido clorhídrico (HCl) diluido (20 ml de ácido clorhídrico concentrado, grado analítico, diluidos con agua hasta obtener 1 000 ml)*

3.2.4. *Metanol, grado analítico, recién destilado, conservado en una botella de vidrio*

3.2.5. *Púrpura de bromocresol (0,1 g en 100 ml de metanol)*

3.2.6. *Agente de precipitación formado por una mezcla de 2 volúmenes de la solución A y de 1 volumen de la solución B. La mezcla se conservará en una botella de color topacio y podrá utilizarse hasta una semana después de su preparación.*

3.2.6.1. Solución A

Disolver 1,7 g de nitrato básico de bismuto grado analítico ($\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) en 20 ml de ácido acético glacial y completar con agua hasta 100 ml. A continuación, disolver 65 g de yoduro potásico grado analítico en 200 ml de agua. Mezclar estas dos soluciones en un matraz aforado de 1 000 ml, añadir 200 ml de ácido acético glacial (3.2.7) y completar el volumen con agua.

3.2.6.2. Solución B

Disolver 290 g de cloruro de bario grado analítico ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 1 000 ml de agua.

3.2.7. *Ácido acético glacial 99-100 % (no usar concentraciones inferiores)*

3.2.8. *Solución de tartrato amónico: mezclar 12,4 g de ácido tartárico grado analítico y 12,4 ml de amoníaco grado analítico ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) y completar hasta 1 000 ml con agua (o disolver directamente la cantidad equivalente de tartrato amónico grado analítico).*

3.2.9. *Solución de amoníaco diluido: 40 ml de amoníaco grado analítico ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) diluidos con agua hasta obtener 1 000 ml.*

3.2.10. *Patrón de tampón acetato: disolver 40 g de hidróxido de sodio sólido grado analítico, en 500 ml de agua en un vaso y enfriar. Añadir 120 ml de ácido acético glacial (3.2.7). Mezclar bien, enfriar y transferir a un matraz aforado de 1 000 ml. Enrasar con agua.*

3.2.11. *Solución de pirrolidinaditiocarbamato (en lo sucesivo denominada «solución de carbato»): disolver 103 mg de pirrolidina-ditiocarbamato sódico ($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en unos 500 ml de agua, añadir 10 ml de alcohol n-amílico grado analítico y 0,5 g de NaHCO_3 grado analítico y completar con agua hasta 1 000 ml.*

3.2.12. *Solución de sulfato de cobre (para normalización de 3.2.11)*

SOLUCIÓN MADRE

Disolver 1 249 g de sulfato de cobre grado analítico ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) con 50 ml de ácido sulfúrico 0,5 M y enrasar con agua a 1 000 ml.

SOLUCIÓN PATRÓN

Mezclar 50 ml de solución madre con 10 ml de H_2SO_4 0,5 M y enrasar con agua a 1 000 ml.

3.2.13. *Cloruro sódico grado analítico*

3.2.14. *Equipo para extracción por arrastre con gas (véase la figura 5)*

El diámetro de la placa porosa deberá ser igual al diámetro interno del cilindro.

3.2.15. *Embudo de decantación de 250 ml*

3.2.16. *Agitador magnético con barra magnética de 25-30 mm*

3.2.17. *Crisol de Gooch, diámetro de la base perforada = 25 mm, tipo G4*

3.2.18. *Papeles de filtro circulares de fibra de vidrio de 27 mm de diámetro; diámetro de las fibras: 0,3-1,5 μm*

3.2.19. *Dos matraces para filtrado con adaptadores y juntas de caucho, de 500 ml y 250 ml, respectivamente*

3.2.20. *Potenciómetro gráfico equipado de un electrodo indicador de platino pulimentado y de un electrodo de referencia de calomelano o de plata/cloruro de plata, con un intervalo de 250 mV, y con bureta automática de 20-25 ml de capacidad, o un equipo manual equivalente.*

3.3. **Método**

3.3.1. *Concentración y separación del tensioactivo*

Filtrar la muestra acuosa a través de un filtro de papel cualitativo. Eliminar los 100 primeros ml del filtrado.

Colocar en el equipo de extracción por arrastre con gas, previamente enjuagado con acetato de etilo, una cantidad medida de muestra, de forma que contenga entre 250 y 800 μg de tensioactivo no iónico.

Para mejorar la separación, se añadirán 100 g de cloruro sódico y 5 g de bicarbonato sódico.

Si el volumen de la muestra sobrepasa los 500 ml, dichas sales se incorporarán en forma sólida al aparato de extracción, burbujeando nitrógeno o aire a través del mismo para disolverlas.

En el caso de utilizar una muestra más pequeña, las sales se disolverán en 400 ml de agua antes de incorporarlas al aparato de extracción.

Añadir agua hasta el nivel de la llave superior.

Cuidadosamente añadir 100 ml de acetato de etilo encima del agua.

El frasco lavador en el tubo del gas (nitrógeno o aire) se llenará hasta sus dos tercios con acetato de etilo.

A continuación, se hará pasar a través del equipo una corriente de gas de 30-60 l/h; es recomendable la utilización de un caudalímetro. Al principio, la corriente de gas se irá aumentando gradualmente. El paso del gas deberá ajustarse de forma que las fases permanezcan claramente separadas, para reducir al mínimo la mezcla de las fases y de la solución de acetato de etilo con el agua. El paso del gas se cortará al cabo de 5 minutos.

Si hay una reducción del volumen de la fase orgánica de más del 20 % por solución en el agua, deberá repetirse la operación vigilando cuidadosamente la velocidad del flujo gaseoso, reduciéndola si fuese necesario.

La fase orgánica se separará y trasvasará completamente a un embudo de decantación. El agua de la fase acuosa que haya pasado al embudo de decantación (únicamente deberían ser unos pocos ml), se verterá de nuevo en el equipo de extracción por arrastre con gas. La fase de acetato de etilo se filtrará a través de papel de filtro cualitativo seco en un vaso de 250 ml.

Verter otros 100 ml de acetato de etilo en el aparato de extracción por arrastre con gas y pasar de nuevo aire o nitrógeno durante 5 minutos. Trasvasar la fase orgánica al embudo de decantación usado en la primera separación, rechazando la fase acuosa y filtrando la fase orgánica con el filtro utilizado para la primera dosis de acetato de etilo. Tanto el embudo de decantación como el filtro se enjuagarán con unos 20 ml de acetato de etilo.

El extracto de acetato de etilo se evaporará a sequedad al baño maría (en una vitrina). Una suave corriente de aire dirigida sobre la superficie de la solución durante la evaporación acelerará la misma.

3.3.2. Precipitación y filtración

Disolver el residuo seco (punto 3.3.1) en 5 ml de metanol, añadir 40 ml de agua y 0,5 ml de HCl diluido (3.2.3) y remover la mezcla con un agitador magnético.

A esta solución se le añadirán 30 ml de agente de precipitación (3.2.6) medidos con una probeta. Después de una agitación repetida se formará el precipitado. Al cabo de 10 minutos de agitación, se dejará reposar la mezcla durante al menos 5 minutos.

Filtrar la mezcla en un crisol de Gooch, cuya base se habrá recubierto con un papel de filtro de fibra de vidrio. A continuación, lavar el filtro, bajo succión, con unos 2 ml de ácido acético glacial. Después, lavar bien el vaso, la barra imantada y el crisol con ácido acético glacial, del que se necesitarán alrededor de 40-50 ml. No será necesario transferir cuantitativamente al filtro el precipitado que quede adherido a las paredes del vaso ya que la solución del precipitado se verterá de nuevo en el mismo vaso para su valoración, disolviéndose entonces el precipitado que haya podido quedar en él.

3.3.3. *Disolución del precipitado*

El precipitado se disolverá en el crisol filtrante mediante adición de una solución caliente (alrededor de 80 °C) de tartrato amónico (3.2.8) en tres dosis de 10 ml cada una. Dejar reposar cada dosis durante algunos minutos en el crisol antes de filtrarla en el matraz.

Verter el contenido del matraz de filtración en el vaso. Enjuagar las paredes del vaso con 20 ml de solución de tartrato para disolver el resto del precipitado.

Seguidamente se lavarán cuidadosamente el crisol, el adaptador y el matraz de filtración con 150-200 ml de agua, vertiendo el agua de enjuague en el vaso utilizado para la precipitación.

3.3.4 *Valoración*

Agitar la solución con un agitador magnético (3.2.16) y añadir algunas gotas de púrpura de bromocresol (3.2.5) y la solución de amoníaco diluido (3.2.9) hasta que vire a violeta (inicialmente, la solución será ligeramente ácida habida cuenta del residuo de ácido acético utilizado para el enjuague).

Después, se añadirán 10 ml de tampón de acetato (3.2.10) y, sumergiendo los electrodos en la solución, se procederá a valorar potenciométricamente con la solución patrón de «carbato» (3.2.11), estando la punta de la pipeta inmersa en la solución.

La velocidad de valoración no deberá sobrepasar los 2 ml/min.

El punto final será la intersección de las tangentes a las dos ramas de la curva de potenciales. A veces se observa que la inflexión de la curva es muy plana; esto podrá corregirse limpiando cuidadosamente el electrodo de platino (puliéndolo con un papel abrasivo).

3.3.5. *Determinación en blanco*

Al mismo tiempo, se procederá a una determinación en blanco siguiendo todo el proceso con 5 ml de metanol y 40 ml de agua, de conformidad con las instrucciones definidas en el punto 3.3.2. El valor correspondiente al blanco deberá permanecer por debajo de 1 ml; de lo contrario, habría que sospechar de la pureza de los reactivos (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), especialmente de su contenido en metales pesados, que deberían ser reemplazados. El valor del blanco se deberá tener en cuenta para el cálculo del resultado final.

3.3.6. *Control del factor de la «solución de carbato»*

El factor de la solución de carbato debe determinarse diariamente antes de utilizarla. A tal fin, se valorarán 10 ml de la solución de sulfato de cobre (3.2.12) con la solución de carbato después de la adición de 100 ml de agua y 10 ml del tampón de acetato (3.2.10). Si el consumo en ml fuere igual a «a», el factor «f» se obtendrá de la siguiente manera:

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

y todos los resultados de las valoraciones se multiplicarán por este factor.

3.4. **Cálculo de los resultados**

Cada tensioactivo no iónico tendrá su propio factor en función de su composición, en particular, de la longitud de la cadena de óxido de alqueno. Las concentraciones en

tensioactivos no iónicos se expresarán en relación a una sustancia patrón –un nonilfenol de 10 unidades de óxido de etileno (NP 10)– para la cual se ha determinado un factor de conversión de 0,054.

La cantidad de tensioactivo presente en la muestra se calculará de la siguiente manera:

$$(b - c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg de tensioactivo no iónico, expresado como mg de NP 10}$$

donde:

b = volumen de «solución de carbato» utilizado para la muestra (ml),

c = volumen de «solución de carbato» utilizado para la determinación en blanco (ml),

f = factor de la «solución de carbato».

3.5 Expresión de los resultados

Los resultados deberán expresarse en mg/l, como NP 10, con una aproximación de 0,1.

4. TRATAMIENTO PRELIMINAR DE LOS TENSIOACTIVOS ANIÓNICOS PARA EL ENSAYO

4.1. Notas preliminares

4.1.1. Tratamiento de las muestras

El tratamiento de los tensioactivos aniónicos y de los detergentes, previo a la determinación de la biodegradabilidad primaria por el ensayo de confirmación, será el siguiente:

PRODUCTOS	TRATAMIENTO
Tensioactivos aniónicos	Sin tratamiento
Detergentes	Extracción alcohólica seguida de separación de los tensioactivos aniónicos mediante intercambio iónico

El objetivo de la extracción alcohólica será eliminar de los productos comerciales los compuestos insolubles e inorgánicos que, en algunas circunstancias, podrían interferir en el ensayo de biodegradabilidad.

4.1.2. Procedimiento de intercambio iónico

Para que los resultados de los ensayos de biodegradabilidad sean correctos, se procederá a aislar y separar los tensioactivos aniónicos del jabón y los tensioactivos no iónicos y catiónicos.

Para ello se aplicará una técnica de intercambio iónico que utilice una resina intercambiadora macroporosa y los agentes de elución apropiados que permitan la elución fraccionada. El jabón y los tensioactivos aniónicos y no iónicos podrán, así, aislarse mediante una única operación.

4.1.3. Control analítico

Después de la homogeneización, se determinará el contenido en tensioactivos aniónicos del detergente sintético según el método de análisis de MBAS. El contenido en jabón se determinará según un método apropiado. Este análisis del producto será necesario para calcular las cantidades que se requerirán para la preparación de las dosis destinadas a los ensayos de biodegradabilidad.

No será imprescindible una extracción cuantitativa; no obstante, se extraerá, al menos, un 80 % de los tensioactivos aniónicos. Normalmente, se obtendrá un 90 % o más.

4.2. Principio

A partir de una muestra homogénea (polvos, pastas y líquidos desecados), y mediante una extracción con etanol, se obtendrá un extracto que contendrá los tensioactivos, el jabón y otros componentes solubles en alcohol de la muestra del detergente.

El extracto obtenido con el etanol se evaporará a sequedad y disolverá en una mezcla de isopropanol/agua; a continuación, se hará pasar la solución resultante a través de un dispositivo mixto de intercambio catiónico fuertemente ácido/intercambio aniónico macroporoso, llevándose hasta una temperatura de 50 °C. Esta temperatura será necesaria para impedir la precipitación de los ácidos grasos en un medio ácido.

Los tensioactivos no iónicos se quedarán en el efluente.

Los ácidos grasos del jabón se separarán mediante una extracción con etanol que contenga dióxido de carbono. Los tensioactivos aniónicos en forma de sales de amonio se obtendrán mediante elución con una solución de bicarbonato de amonio en una mezcla de isopropanol/agua. Dichas sales de amonio se utilizarán para el ensayo de biodegradabilidad.

Los tensioactivos catiónicos susceptibles de perturbar el ensayo de biodegradabilidad y el procedimiento analítico se eliminarán mediante el intercambiador catiónico, colocado por encima del intercambiador aniónico.

4.3. Productos químicos y equipo

4.3.1. Agua desionizada

4.3.2. Etanol, 95 % (v/v) C_2H_5OH (desnaturalizadores permitidos: metiletilcetona o metanol)

4.3.3. Mezcla de isopropanol/agua (50/50 v/v):

- 50 partes en volumen de isopropanol, $CH_3CHOH.CH_3$
- 50 partes en volumen de agua (4.3.1)

4.3.4. Solución de dióxido de carbono en etanol (aproximadamente 0,1 % CO_2): mediante un tubo de transferencia provisto de un disco de vidrio fritado incorporado, hacer burbujear el dióxido de carbono (CO_2) a través del etanol (4.3.2) durante 10 minutos. La solución se preparará inmediatamente antes de su utilización.

- 4.3.5. *Solución de bicarbonato de amonio (60/40 v/v): 0,3 mol de NH_4HCO_3 en 1 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua constituida por 60 partes en volumen de isopropanol y 40 partes en volumen de agua (4.3.1).*
- 4.3.6. *Intercambiador catiónico (KAT), fuertemente ácido, resistente al alcohol (50-100 mesh)*
- 4.3.7. *Intercambiador aniónico (AAT), macroporoso, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) o equivalente*
- 4.3.8. *Ácido clorhídrico, 10 % HCl (p/p)*
- 4.3.9. *Matraz esférico de fondo redondo de 2 000 ml con esmerilado cónico y condensador de reflujo.*
- 4.3.10. *Filtro de succión de 90 mm de diámetro (que se pueda calentar) para filtros de papel*
- 4.3.11. *Matraz de filtración al vacío de 2 000 ml*
- 4.3.12. *Columnas de intercambio con manta calefactora y grifo: tubo interior de 60 mm de diámetro y de 450 mm de altura (figura 4).*
- 4.3.13. *Baño maría*
- 4.3.14. *Estufa de secado al vacío*
- 4.3.15. *Termostato*
- 4.3.16. *Rotavapor*

4.4. Extracción y separación de los tensioactivos aniónicos

4.4.1. Preparación del extracto

La cantidad de tensioactivos necesaria para el ensayo de biodegradabilidad será de unos 50 g de MBAS.

Normalmente, la cantidad de producto a extraer no sobrepasará 1 000 g; no obstante, podría ser necesario extraer cantidades suplementarias de la muestra. Por razones prácticas, en la mayoría de los casos, la cantidad de producto utilizado en la preparación de los extractos para el ensayo de biodegradabilidad se limitará a 5 000 g.

La experiencia ha demostrado que una serie de extracciones limitadas es preferible a la extracción de una gran cantidad de producto de una sola vez. En lo que a intercambiadores se refiere, las cantidades especificadas serán suficientes para 600 a 700 mmol de tensioactivos y de jabón.

4.4.2. Aislamiento de los componentes solubles en alcohol

Añadir 250 g del detergente sintético a analizar a 1 250 ml de etanol y llevar la mezcla a ebullición, sometiéndola, después, a reflujo durante una hora, sin dejar de agitar. Verter la solución alcohólica caliente en un filtro de succión de poros anchos, llevar a una temperatura de 50 °C y filtrar por succión. Lavar el matraz y el filtro de succión con unos 200 ml de etanol caliente. Recoger el filtrado y el líquido de lavado en un matraz de filtración al vacío.

Cuando los productos a analizar sean pastas o líquidos, asegurarse de que la muestra no contenga más de 55 g de tensioactivos aniónicos y 35 g de jabón. Una vez pesada la muestra, evaporar hasta desecación completa. Disolver el residuo en 2 000 ml de etanol y proceder de nuevo según lo indicado más arriba.

En el caso de polvos de escasa densidad aparente (< 300 g/l), es recomendable aumentar la proporción de etanol en la relación 20:1. Evaporar el filtrado de etanol hasta desecación completa, preferentemente mediante un rotavapor. Repetir la operación si se necesita una mayor cantidad de extracto. Disolver el residuo en 5 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua.

4.4.3. Preparación de las columnas de intercambio iónico

COLUMNA DE INTERCAMBIO CATIÓNICO

Colocar 600 ml de resina intercambiadora de cationes (4.3.6) en un vaso de 3 000 ml y cubrir añadiendo 2 000 ml de ácido clorhídrico (4.3.8). Dejar reposar durante un mínimo de 2 horas agitando de vez en cuando. Decantar el ácido y transferir la resina a la columna (4.3.12) mediante agua desionizada. En la columna se colocará un tapón de lana de vidrio desionizada. Lavar la columna con agua desionizada a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min hasta que el efluente esté exento de cloruros. Desplazar el agua con 2 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua (4.3.3) a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min. La columna de intercambio estará lista para la operación.

COLUMNA DE INTERCAMBIO ANIÓNICO

Colocar 600 ml de resina intercambiadora de aniones (4.3.7) en un vaso de 3 000 ml y cubrirla añadiendo 2 000 ml de agua desionizada. Dejar en espera la resina durante, al menos 2 horas, para que se hinche. Transferir la resina a la columna mediante agua desionizada. En la columna se colocará un tapón de lana de vidrio desionizada.

Lavar la columna con una solución 0,3 M de bicarbonato de amonio (4.3.5) hasta que quede exenta de cloruros, para lo cual se requerirán unos 5 000 ml de solución. Lavar a continuación con 2 000 ml de agua desionizada. Desplazar el agua con 2 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua (4.3.3) a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min. Una vez finalizados estos preparativos, la columna de intercambio estará en la forma OH y lista para la operación.

4.4.4. Procedimiento de intercambio iónico

Conectar las columnas intercambiadoras colocándolas de forma que la columna de intercambio catiónico se encuentre por encima de la columna de intercambio aniónico. Llevar las columnas a la temperatura de 50 °C mediante un termostato. Calentar 5 000 ml del filtrado obtenido en el punto 4.4.2 hasta 60 °C y hacerlo pasar a través de ambas columnas a una velocidad de flujo de 20 ml/min. Lavar las columnas con 1 000 ml de una mezcla caliente de isopropanol/agua (4.3.3).

Para obtener los tensioactivos aniónicos (MBAS), se desconectará la columna KAT. Se procederá, entonces, a la elución de los ácidos grasos del jabón de la columna KAT mediante 5 000 ml de una solución de etanol/CO₂ a 50 °C (4.3.4). El eluyente será desechado.

A continuación, se procederá a la elución de las MBAS de la columna AAT mediante 5 000 ml de solución de bicarbonato de amonio (4.3.5). Evaporar el eluyente hasta desecación con un baño de vapor o en un rotavapor. Los residuos contienen las MBAS (en forma de sal

de amonio) y, en algún caso, productos aniónicos no tensioactivos que no perjudican el ensayo de biodegradabilidad. Añadir agua desionizada hasta obtener un volumen preciso y determinar el contenido en MBAS en una fracción alícuota. La solución se utilizará como solución patrón de los detergentes aniónicos para el ensayo de biodegradabilidad. La solución deberá mantenerse a una temperatura inferior a 5 °C.

4.4.5. *Regeneración de las resinas de intercambio iónico*

El intercambiador de cationes se tirará después de su uso.

La resina de intercambio aniónico se regenera haciendo pasar a través de la columna una cantidad suplementaria de una solución de bicarbonato de amonio (4.3.5) a una velocidad de flujo de unos 10 ml/min hasta que el efluente quede exento de tensioactivos aniónicos (ensayo al azul de metileno). Lavar, a continuación, el intercambiador de aniones con 2 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua (4.3.3). El intercambiador de aniones podrá utilizarse de nuevo.

5. **TRATAMIENTO PRELIMINAR DE LOS TENSIOACTIVOS NO IÓNICOS PARA EL ENSAYO**

5.1. **Notas preliminares**

5.1.1 *Tratamiento de las muestras*

El tratamiento de los tensioactivos no iónicos y de los detergentes, previo a la determinación de la biodegradabilidad primaria por el ensayo de confirmación, será el siguiente:

PRODUCTOS	TRATAMIENTO
Tensioactivos no iónicos	Sin tratamiento
Detergentes	Extracción alcohólica seguida de separación de los tensioactivos no iónicos mediante intercambio iónico

El objetivo de la extracción alcohólica será eliminar de los productos comerciales los compuestos insolubles e inorgánicos que, en algunas circunstancias, podrían interferir en el ensayo de biodegradabilidad.

5.1.2. *Procedimiento de intercambio iónico*

Para que los resultados de los ensayos de biodegradabilidad sean correctos, se procederá a aislar y separar los tensioactivos no iónicos del jabón y los tensioactivos aniónicos y catiónicos.

Para ello se aplicará una técnica de intercambio iónico que utilice una resina intercambiadora de aniones macroporosa y los agentes de elución apropiados que permitan la elución fraccionada. El jabón y los tensioactivos aniónicos y no iónicos podrán, así, aislarse mediante una única operación.

5.1.3. *Control analítico*

Después de la homogeneización, se determinará el contenido en tensioactivos aniónicos y no iónicos del detergente según el método de análisis de MBAS y de BiAS. El contenido en jabón se determinará según un método apropiado.

Este análisis del producto será necesario para calcular las cantidades que se requerirán para la preparación de las dosis destinadas a los ensayos de biodegradabilidad.

No será imprescindible una extracción cuantitativa; no obstante, se extraerá, al menos, un 80 % de los tensioactivos no iónicos. Normalmente, se obtendrá un 90 % o más.

5.2. Principio

A partir de una muestra homogénea (polvos, pastas y líquidos desecados), y mediante una extracción con etanol, se obtendrá un extracto que contendrá los tensioactivos, el jabón y otros componentes solubles en alcohol de la muestra del detergente.

El extracto obtenido con el etanol se evaporará a sequedad y se disolverá en una mezcla de isopropanol/agua; a continuación, se hará pasar la solución resultante a través de un dispositivo mixto de intercambio catiónico fuertemente ácido/intercambio aniónico macroporoso, llevándose hasta una temperatura de 50 °C. Esta temperatura será necesaria para impedir la precipitación de los ácidos grasos en un medio ácido. Los tensioactivos no iónicos se extraerán del efluente por evaporación.

Los tensioactivos catiónicos susceptibles de perturbar el ensayo de biodegradabilidad y el procedimiento analítico se eliminarán mediante el intercambiador catiónico, colocado por encima del intercambiador aniónico.

5.3. Productos químicos y equipo

5.3.1. *Agua desionizada*

5.3.2. *Etanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (desnaturalizadores permitidos: metiletilcetona o metanol)*

5.3.3. *Mezcla de isopropanol/agua (50/50 v/v):*

- 50 partes en volumen de isopropanol, CH₃CHOH.CH₃
- 50 partes en volumen de agua (5.3.1)

5.3.4. *Solución de bicarbonato de amonio (60/40 v/v):*

0,3 mol de NH₄HCO₃ en 1 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua constituida por 60 partes en volumen de isopropanol y 40 partes en volumen de agua (5.3.1).

5.3.5. *Intercambiador catiónico (KAT), fuertemente ácido, resistente al alcohol (50-100 mesh)*

5.3.6. *Intercambiador aniónico (AAT), macroporoso, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) o equivalente*

5.3.7. *Ácido clorhídrico, 10 % HCl (p/p)*

5.3.8. *Matraz esférico de fondo redondo de 2 000 ml con esmerilado cónico y condensador de reflujo*

5.3.9. *Filtro de succión de 90 mm de diámetro (que se pueda calentar) para filtros de papel*

5.3.10. *Matraz de filtración al vacío de 2 000 ml*

5.3.11. *Columnas de intercambio con manta calefactora y grifo: tubo interior de 60 mm de diámetro y de 450 mm de altura (figura 4)*

5.3.12. *Baño maría*

5.3.13. *Estufa de secado al vacío*

5.3.14. *Termostato*

5.3.15. *Rotavapor*

5.4. Extracción y separación de los tensioactivos no iónicos

5.4.1. *Preparación del extracto*

La cantidad de tensioactivos necesaria para el ensayo de degradación será de unos 25 g de BiAS.

En la preparación de los extractos para los ensayos de biodegradabilidad, la cantidad de producto a utilizar no sobrepasará 2 000 g. Por lo tanto, podría ser necesario realizar la operación varias veces con el fin de obtener una cantidad suficiente para dichos ensayos. La experiencia ha demostrado que una serie de extracciones limitadas es preferible a la extracción de una gran cantidad de producto de una sola vez.

5.4.2. *Aislamiento de los componentes solubles en alcohol*

Añadir 250 g del detergente sintético a analizar a 1 250 ml de etanol y llevar la mezcla a ebullición, sometiéndola, después, a reflujo durante una hora, sin dejar de agitar. Verter la solución alcohólica caliente en un filtro de succión de poros anchos, llevar a una temperatura de 50 °C y filtrar por succión. Lavar el matraz y el filtro de succión con unos 200 ml de etanol caliente. Recoger el filtrado y el líquido de lavado en un matraz de filtración al vacío.

Cuando los productos a analizar sean pastas o líquidos, asegurarse de que la muestra no contenga más de 25 g de tensioactivos aniónicos y 35 g de jabón. Una vez pesada la muestra, evaporar hasta desecación completa. Disolver el residuo en 500 ml de etanol y proceder de nuevo según lo indicado más arriba.

En el caso de polvos de escasa densidad aparente (< 300 g/l), es recomendable aumentar la proporción de etanol en la relación 20:1.

Evaporar el filtrado de etanol hasta desecación completa, preferentemente mediante un rotavapor. Repetir la operación si se necesita una mayor cantidad de extracto. Disolver el residuo en 5 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua.

5.4.3 *Preparación de las columnas de intercambio iónico*

COLUMNA DE INTERCAMBIO CATIÓNICO

Colocar 600 ml de resina intercambiadora de cationes (5.3.5) en un vaso de 3 000 ml y cubrir añadiendo 2 000 ml de ácido clorhídrico (5.3.7). Dejar reposar durante un mínimo de 2 horas agitando de vez en cuando. Decantar el ácido y transferir la resina a la columna (5.3.11) mediante agua desionizada. En la columna se colocará un tapón de lana de vidrio desionizada.

Lavar la columna con agua desionizada a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min hasta que el efluente esté exento de cloruros. Desplazar el agua con 2 000 ml de una mezcla isopropanol/agua (5.3.3) a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min. Una vez finalizados estos preparativos, la columna de intercambio estará lista para la operación.

COLUMNA DE INTERCAMBIO ANIÓNICO

Colocar 600 ml de resina intercambiadora de aniones (5.3.6) en un vaso y cubrirla añadiendo 2 000 ml de agua desionizada. Dejar en espera la resina durante, al menos 2 horas, para que se hinche. Transferir la resina a la columna mediante agua desionizada. En la columna se colocará un tapón de lana de vidrio desionizada.

Lavar la columna con una solución 0,3 M de bicarbonato de amonio (5.3.4) hasta que quede libre de cloruros, para lo cual se requerirán unos 5 000 ml de solución. Lavar a continuación con 2 000 ml de agua desionizada. Desplazar el agua con 2 000 ml de una mezcla isopropanol/agua (5.3.3) a una velocidad de flujo de 10-30 ml/min. Una vez finalizados estos preparativos, la columna de intercambio estará en forma OH y lista para la operación.

5.4.4. *Procedimiento de intercambio iónico*

Conectar las columnas intercambiadoras colocándolas de forma que la columna de intercambio catiónico se encuentre por encima de la columna de intercambio aniónico. Llevar las columnas a la temperatura de 50 °C mediante un termostato. Calentar 5 000 ml del filtrado obtenido en el punto 5.4.2 hasta 60 °C y hacerlo pasar a través de ambas columnas a una velocidad de flujo de 20 ml/min. Lavar las columnas con 1 000 ml de una mezcla caliente de isopropanol/agua (5.3.3).

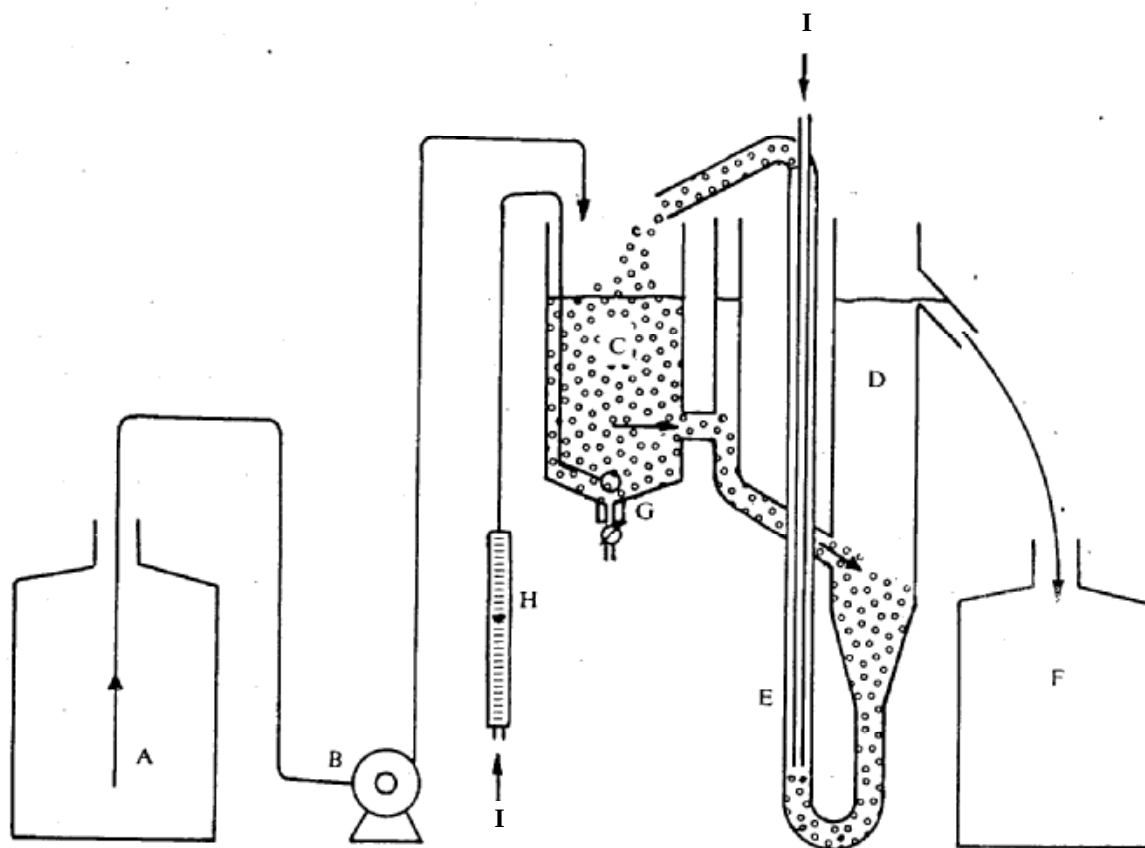
Para obtener los tensioactivos no iónicos, recoger el eluyente y el líquido de lavado del filtro y evaporarlos hasta desecación completa, preferentemente mediante un rotavapor. El residuo contiene el BiAS. Añadir agua desionizada hasta obtener un volumen preciso y determinar el contenido en BiAS en una fracción alícuota. La solución se utilizará como solución patrón de los tensioactivos no iónicos para el ensayo de biodegradabilidad. La solución deberá mantenerse a una temperatura inferior a 5 °C.

5.4.5. *Regeneración de las resinas de intercambio iónico*

El intercambiador de cationes se tirará después de su uso.

La resina de intercambio aniónico se regenera haciendo pasar a través de la columna aproximadamente 5 000-6 000 ml de una solución de bicarbonato de amonio (5.3.4) a una velocidad de flujo de unos 10 ml/min hasta que el efluente quede exento de tensioactivos aniónicos (ensayo al azul de metileno). Lavar, a continuación, el intercambiador de aniones con 2 000 ml de una mezcla de isopropanol/agua (5.3.3). El intercambiador de aniones podrá utilizarse de nuevo.

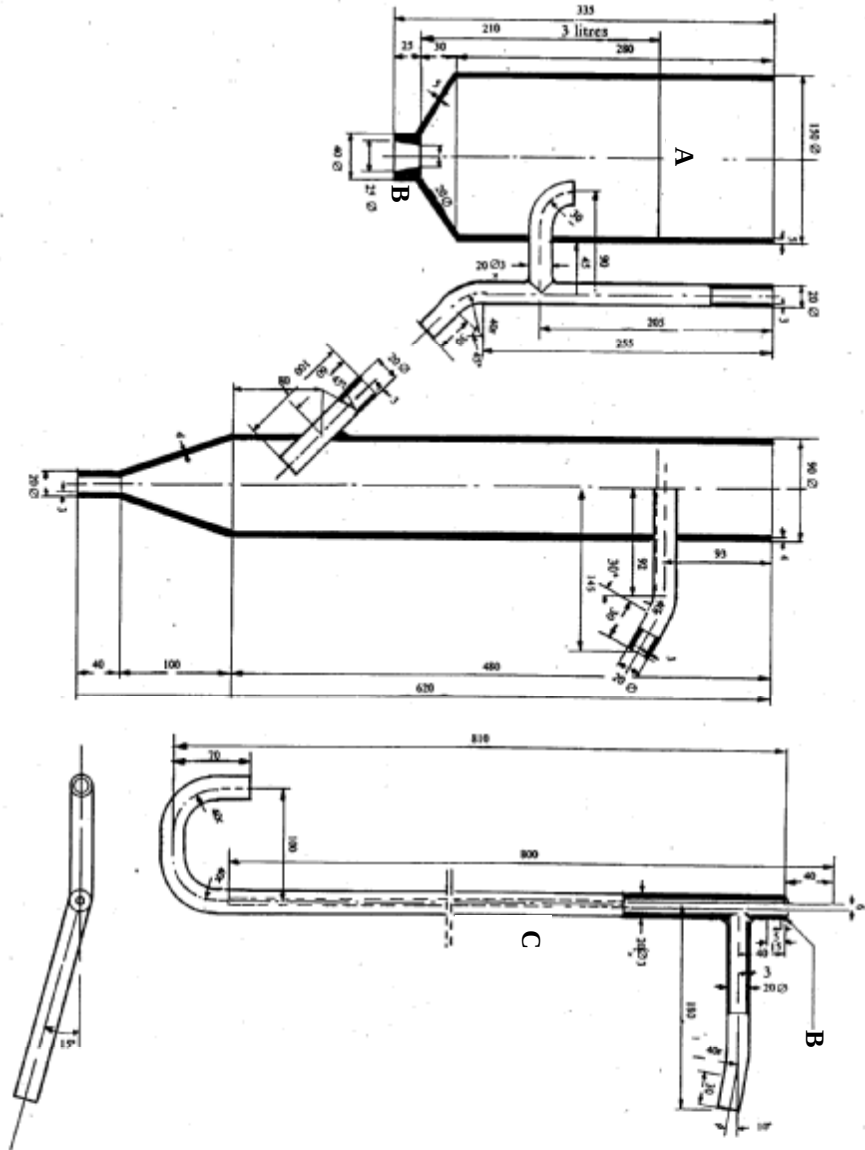
Figura 1
Planta de lodos activados: generalidades



- A. Recipiente de almacenamiento inicial
- B. Bomba dosificadora
- C. Cuba de aireación (*capacidad 3 l*)
- D. Decantador
- E. Bomba de aire comprimido
- F. Colector
- G. Dispositivo de aireación de vidrio fritado
- H. Caudalímetro
- I. Aire

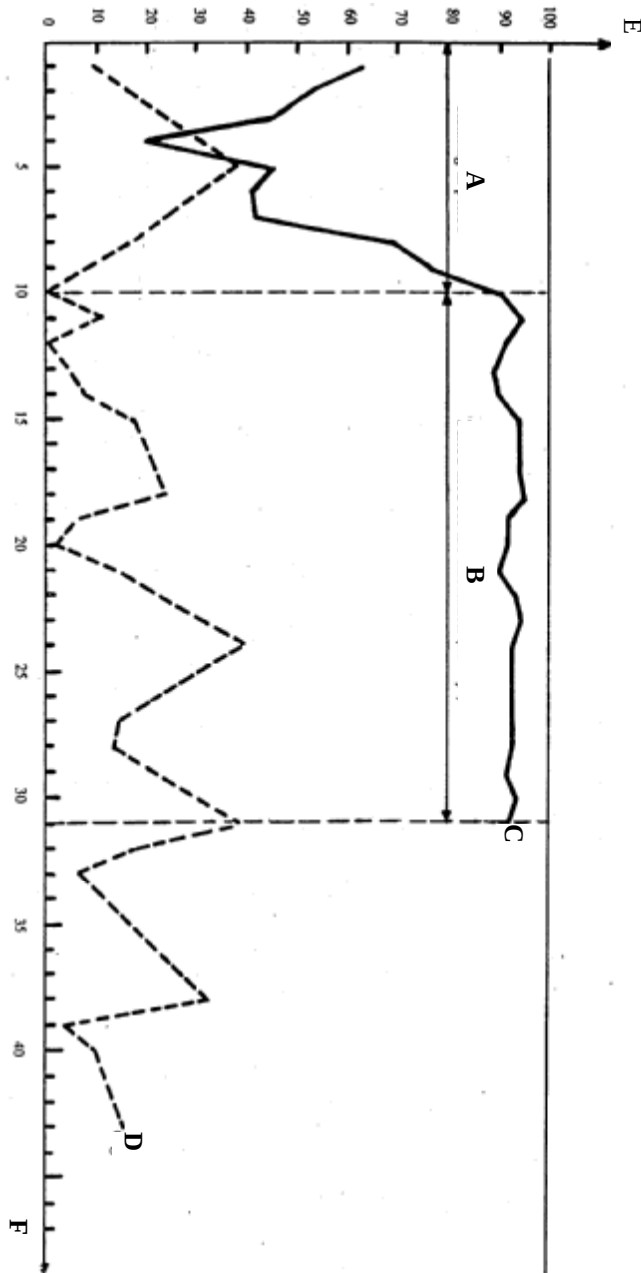
Planta de lodos activados: detalle

(dimensiones en milímetros)



- A. Nivel del líquido
- B. PVC duro
- C. Vidrio o materia plástica resistente al agua (PVC duro)

Figura 3
Cálculo de la biodegradabilidad. Ensayo de confirmación



- A. Periodo inicial
- B. Periodo usado para el cálculo (21 días)
- C. Tensioactivo fácilmente biodegradable
- D. Tensioactivo difícilmente biodegradable
- E. Biodegradación (%)
- F. Tiempo (días)

Figura 4
Columna de intercambio calefactora
 (dimensiones en milímetros)

