



KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

Brüssel, den 4.9.2002
KOM(2002) 485 endgültig

2002/0216 (COD)

Vorschlag für eine

VERORDNUNG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES

über Detergenzien

(von der Kommission vorgelegt)

BEGRÜNDUNG

Artikel 1 - Ziele

Grundlegendes Ziel dieser Verordnung ist der freie Warenverkehr mit Detergenzien im Binnenmarkt. Insbesondere stellt sie eine Modernisierung der geltenden Detergenzienrichtlinien in Bezug auf die biologische Abbaubarkeit von Tensiden und den Schutz der Umwelt im Zusammenhang mit dieser grundlegenden Thematik dar. Die vorgeschlagenen neuen Verfahren zur Prüfung der biologischen Abbaubarkeit stellen ein höheres Umweltschutzniveau sicher und gelten gleichzeitig für alle Arten von in Detergenzien verwendeten Tensiden. Außerdem schreibt die Verordnung für die Produkte, die in ihren Geltungsbereich fallen, die Anforderungen der Empfehlung 89/542 der Kommission über die Kennzeichnung von Wasch- und Reinigungsmitteln sowie spezifische Informationen für den Verbraucher im Zusammenhang mit Duftstoffen in Detergenzien verbindlich vor.

Artikel 2 und Anhang I - Begriffsbestimmungen

Mit der für den Begriff "Detergens" vorgeschlagenen Definition wird der Geltungsbereich der bestehenden Rechtsvorschriften auf andere ähnliche Verwendungsbereiche ausgeweitet, die - wie Erfahrungen mit der Umsetzung dieser Rechtsvorschriften auf nationaler Ebene gezeigt haben - ebenfalls unter die verfolgten Ziele fallen.

Mit der Verordnung wird eine Begriffsbestimmung für Tenside eingeführt, die in den bisherigen Rechtsakten fehlte.

Die in der Verordnung verwendeten Konzepte des biologischen Abbaus werden definiert, da dies für eine korrekte Einführung ihrer Bestimmungen nützlich ist.

Schließlich sind weitere Begriffsbestimmungen enthalten (z. B. "Reinigung", "Waschen", "Stoff", "Zubereitung", "Inverkehrbringen" usw.), die für die Anwendung der Verordnung von Nutzen sein können.

Artikel 3 bis 7 – Beschränkungen für das Inverkehrbringen

Diese Artikel beziehen sich ausdrücklich auf die Voraussetzungen für ein Verbot des Inverkehrbringens von Stoffen sowie auf die Bedingungen für die Genehmigung von Ausnahmeregelungen.

Ein Übergangszeitraum von zwei Jahren, beginnend ab dem Zeitpunkt der Einführung der Verordnung, wird für angemessen gehalten, damit die Hersteller (ein Begriff, der in diesem Rechtsakt auch die Importeure umfasst) der betreffenden Stoffe die Möglichkeit haben, Ausnahmeregelungen zu beantragen.

Die Hierarchie der Prüfverfahren gründet auf Umweltschutzbelangen; gleichzeitig wird damit versucht, die Ausgaben der Wirtschaftsakteure möglichst gering zu halten, da so lediglich ein Bruchteil der betroffenen Stoffe der gesamten Testreihe unterworfen werden muss, nämlich nur die Stoffe, auf die hier Bezug genommen wird.

Die Genehmigung von Ausnahmeregelungen für diejenigen Stoffe, die den Anforderungen des Verfahrens zur Prüfung der Endabbaubarkeit gemäß Anhang III nicht genügen, sind auf ausdrücklichen Antrag der Hersteller und durch einzelfallbezogene Entscheidungen der Kommission gemäß dem Ausschussverfahren zu erteilen.

Die Genehmigung einer Ausnahmeregelung setzt die Übereinstimmung mit den Anforderungen an die Primärabbaubarkeit nach Anhang II voraus und hängt von der Bewertung der zusätzlichen Informationen nach Anhang IV ab.

Es erscheint angebracht, in diesem Artikel auf andere Rechtsvorschriften, insbesondere auf die Richtlinie 76/769/EWG, zu verweisen, durch die das Inverkehrbringen von unter diese Verordnung fallenden Stoffen beschränkt werden könnte, beispielsweise von Stoffen, die Gegenstand von PARCOM-Beschlüssen oder -Empfehlungen sind.

Man beabsichtigt bei der Verantwortung eine Schwerpunktverlagerung auf die Hersteller, die nun sicherstellen müssten, dass alle einschlägigen Prüfungen durchgeführt werden, statt dass man sich wie bisher weitgehend auf Initiativen der Mitgliedstaaten verlässt.

Artikel 8 – Pflichten der Mitgliedstaaten

Für die Verwirklichung der Ziele der Verordnung wird es als grundlegend erachtet, die wichtigsten Maßnahmen präzise festzulegen, die eine direkte Verantwortung der benannten zuständigen Behörden in den Mitgliedstaaten implizieren und die über die Maßnahmen von Artikel 3 über Beschränkungen für das Inverkehrbringen hinausgehen.

Wie im Rahmen der früheren Rechtsvorschriften sollten die Mitgliedstaaten das Verzeichnis der Labors notifizieren, die zur Durchführung der Referenztests gemäß den Anhängen II und III befugt sind.

Artikel 9 - Pflichten der Hersteller

Die Hersteller von Detergenzien und/oder von Tensiden, die für Detergenzien bestimmt sind, sollten die entsprechenden technischen Unterlagen aller betroffenen Stoffe für die nationalen Behörden bereithalten. Die Mitgliedstaaten sollten alle geeigneten Schritte, einschließlich aktiver Maßnahmen, einleiten, um die Einhaltung dieser Bestimmung zu gewährleisten.

Die Hersteller von Detergenzien tragen weiterhin die Verantwortung dafür, zubereitete Detergenzien, die unzulässige Tenside enthalten, nicht in den Verkehr zu bringen, und sicherzustellen, dass sämtliche geforderten technischen Unterlagen zur Verfügung stehen.

Artikel 10 - Kontrollmaßnahmen

Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten sollten die Möglichkeit zu Kontrollmaßnahmen haben, um sicherzustellen, dass sich die Hersteller an diese Verordnung halten.

Artikel 11 und Anhang VIII - Kennzeichnung und Datenblatt über die Inhaltsstoffe

Dieser Artikel enthält zusammen mit dem dazugehörigen Anhang die bestehenden Bestimmungen über die Kennzeichnung, wie sie weiterhin gelten werden. Gleichzeitig werden die Bestimmungen der Artikel 2 und 3 der Empfehlung 89/542/EWG der Kommission über Wasch- und Reinigungsmittel verbindlich, um den durch diese Empfehlung eingeleiteten Entwicklungen Rechnung zu tragen.

Die Empfehlung war insofern erfolgreich, als sie in den meisten Mitgliedstaaten in hohem Maße beachtet wurde. Der vorliegende Vorschlag stellt jedoch eine sinnvolle Gelegenheit dar, die Kennzeichnungsbestimmungen mit anderen Regelungen für das Inverkehrbringen von Detergenzien zu kombinieren.

Dieser Übergang sollte als ein Erfolg der Empfehlung betrachtet werden; auf keinen Fall darf er als Vorgehen gegen freiwillige Vereinbarungen fehlinterpretiert werden. Die Empfehlung 98/480/EG zur umweltgerechten Handhabung von Haushaltswaschmitteln behält ihre Eigenständigkeit, da sie Bereiche betrifft, die von dieser Verordnung nicht berührt werden.

Da Duft- und Konservierungsstoffe immer häufiger Verwendung finden, werden sie als - in Bezug auf die Empfehlung 89/542/EWG - neue Bestandteile aufgenommen.

Es wird eine neue Bestimmung hinzugefügt, durch die die Detergenzienhersteller dazu verpflichtet werden, den Fachkräften des Gesundheitswesens ein vollständiges Verzeichnis der Inhaltsstoffe der Detergenzien zur Verfügung zu halten, um die klinische Medizin darin zu unterstützen, etwaige kausale Zusammenhänge zwischen der Entwicklung einer allergischen Reaktion und der Exposition gegenüber einem speziellen chemischen Stoff zu untersuchen.

Artikel 12 - Ausschussverfahren

Das vorgeschlagene Ausschussverfahren ist ein Regelungsverfahren gemäß dem neuen Beschluss 1999/468/EG.

Artikel 13 - Anpassung der Anhänge

Es wird vorgeschlagen, dass die Überarbeitung der Anhänge I bis IX gemäß dem Ausschussverfahren erfolgt, da sie sich auf wissenschaftliche und technische Sachverhalte beziehen und nicht die grundlegende Hierarchie im verfügbaren Teil der Verordnung berühren.

Das Ausschussverfahren sollte auch für die Artikel 4, 5, 7, 8 und 13 gelten, die mit dem Inverkehrbringen von Stoffen und Zubereitungen in Verbindung stehen.

Artikel 14 - Freizügigkeitsklausel

Dies ist die ausdrückliche Ergänzung zu den Klauseln über die Beschränkungen für das Inverkehrbringen und betrifft diejenigen Stoffe und Zubereitungen, die den Bestimmungen dieser Verordnung entsprechen.

Artikel 15 - Schutzklausel

Die Tatsache, dass sich ein Stoff als leicht biologisch abbaubar erweist, schließt nicht die Möglichkeit aus, dass die Abbauprodukte und die Bioabbauraten in Bezug auf bestimmte Verwendungsarten und insbesondere in Fällen eines hohen Zuflusses in Ökosysteme Anlass zu Bedenken geben.

Artikel 16 - Zu ersetzende Rechtsvorschriften

Hier wird festgelegt, welche Richtlinien durch diese Verordnung ersetzt werden, da sie die entsprechenden Bestimmungen übernimmt.

Artikel 17 - Sanktionen bei Nichteinhaltung

Hier werden die Mitgliedstaaten dazu verpflichtet, die Nichteinhaltung dieser Verordnung zu bestrafen.

Anhang I - Zu den Detergenzien zählende Produkte

Hier werden die Produkte, die Seife oder andere Tenside enthalten, die unter die neue Definition der Detergenzien nach Artikel 2 fallen, aufgeführt und außerdem definiert.

Anhang II - Methoden zur Prüfung der biologischen Primärabbaubarkeit

In diesem Anhang werden die Prüfsysteme und analytischen Methoden zur Bewertung der biologischen Primärabbaubarkeit von anionischen, nichtionischen, kationischen und amphoteren Tensiden aufgeführt.

Die wichtigsten Veränderungen im Vergleich zu den Methoden der geltenden Rechtsvorschriften haben den Zweck, zum ersten Mal kationische und amphotere Tenside und auch diejenigen anionischen und nichtionischen Tenside einzubeziehen, die nicht auf die in den derzeit geltenden Rechtsvorschriften vorgesehenen Prüfverfahren reagieren. Der Einsatz instrumenteller Analytik für die Tenside, die nicht auf semispezifische Methoden reagieren, ist vorgeschrieben, so dass nun alle Tenside abgedeckt sind.

Diese Prüfungen werden in den Fällen relevant sein, in denen den Anforderungen der Prüfungen für die Endabbaubarkeit nach Anhang III nicht entsprochen werden konnte; sie werden vom Ausschuss von Fall und Fall untersucht. Es wurde für besser gehalten, die derzeitige Wahlmöglichkeit bei den Verfahren zur Prüfung der biologischen Primärabbaubarkeit beizubehalten; die Referenzmethoden für Fälle mit widersprüchlichen Ergebnissen in verschiedenen Mitgliedstaaten sind jedoch festgelegt. Diese Verfahren sind auch für die Berechnung der PEC (predicted environmental concentrations - erwartete Konzentration eines Stoffes) des Ausgangsstoffes zur Risikobewertung erforderlich.

Anhang III - Methoden zur Prüfung der biologischen Endabbaubarkeit

Der dargelegte Ansatz basiert auf Anhang V Teil C.4 (Bestimmung der „leichten“ biologischen Abbaubarkeit - „*ready biodegradability*“) der Richtlinie 67/548/EWG.

Allerdings wird der Notwendigkeit Rechnung getragen, das zu Referenzzwecken ausgewählte Prüfverfahren gemäß ISO an den wissenschaftlichen Fortschritt anzupassen.

Der Einsatz mancher im Allgemeinen für Tenside nicht als geeignet betrachteter Prüfverfahren bedarf einer besonderen Genehmigung nach dem Ausschussverfahren.

Die Studie „*Surfactant Ring Test-I*“ vom Mai 1999 (WRC) führte zu dem Schluss, dass eine siebentägige Vorexposition von Schlamm gegenüber einem Tensid in einer SCAS-Einheit vor der Prüfung des Tensids nach der „*Headspace*“-Methode keine einheitlichen Auswirkungen auf den erzielten biologischen Abbau oder auf seine Variabilität hatte; allerdings wurde die Rate des biologischen Abbaus im Allgemeinen gesteigert. Berücksichtigt man die Ergebnisse aller Labors, so lohnt sich diese eher schwache Vorexposition nicht, da einem geringen Nutzen ein ziemlich hoher Aufwand gegenübersteht.

Der vorgeschlagene Anhang III entspricht außerdem voll und ganz den Empfehlungen der Stellungnahme des CSTEE, die wie folgt zusammengefasst werden können:

1. Die vorgeschlagenen Verfahren zur Prüfung der biologischen Endabbaubarkeit stellen im Vergleich zu den Primärabbaubarkeitstests eine Verbesserung dar.

2. Die Methoden ISO-"*Headspace*", OECD 301 B ¹ und OECD 301 D ² sind geeignet, allerdings waren die beiden OECD-Methoden in ihrer Anwendung beschränkt.
3. Die Methoden OECD 301 A ³, OECD 301 C ⁴, OECD 301 E ⁵ und OECD 301 F ⁶ waren weniger geeignet als die oben genannten.
4. Eine Voradaptation wird nicht für wünschenswert gehalten.
5. Das „10-Tage-Fenster“ wird nicht für wünschenswert gehalten.

Die Testmethoden von Anhang III sind somit die besten der verfügbaren normierten Methoden zur Prüfung der biologischen Endabbaubarkeit. Ihre Anforderungen sind außerdem höher als die der Tests für die biologische Primärabbaubarkeit, die im Rahmen der geltenden EU-Rechtsvorschriften zum Einsatz kommen. Es wird geschätzt, dass 3 % der Tenside, die die Prüfung für die biologische Primärabbaubarkeit gemäß den geltenden EU-Rechtsvorschriften bestehen, den Anforderungen des speziellen Tests für die biologische Endabbaubarkeit nach Anhang III nicht genügen. Die Anforderungen des neuen Verfahrens sind höher als die des bestehenden; zudem bezieht der neue Test ein beträchtliches Marktsegment mit ein, das aus kationischen und amphoteren Tensiden besteht und etwa 10 % aller in Detergenzien verwendeten Tenside ausmacht; die bestehenden Tests deckten diesen Bereich vorher nicht ab.

Anhang IV - Ergänzende Risikobewertung

Hier wird festgelegt, welche zusätzlichen Informationen für die Stoffe erforderlich sind, die den Anforderungen der Prüfungen nach Anhang III nicht, den Anforderungen der Prüfungen nach Anhang II aber sehr wohl entsprochen hatten, und für die eine Ausnahmeregelung gemäß Artikel 3 Absatz 3 beantragt wird.

In der Verordnung (EWG) Nr. 793/93 des Rates zur Bewertung und Kontrolle der Umweltrisiken chemischer Altstoffe sind ausführliche Bestimmungen enthalten, sowohl über die Erfassung, die Verbreitung und die Zugänglichkeit von Informationen über Altstoffe als auch über die Bewertung der Risiken der Altstoffe für den Menschen und für die Umwelt im Hinblick auf einen besseren Umgang mit diesen Risiken im Rahmen der Rechtsvorschriften der Gemeinschaft.

Die Risikobewertung vor dem Inverkehrbringen neuer Stoffe gemäß vereinbarten Verfahren ist eine andere Art der programmierten Bewertung. Eine derartige Bewertung und eine entsprechende Meldung bei einer zuständigen Behörde vor dem Inverkehrbringen chemischer Stoffe sind von der Richtlinie 92/32/EWG zur siebten Änderung der Richtlinie 67/548/EWG zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe vorgeschrieben. Pflanzenschutzmittel und andere Schädlingsbekämpfungsmittel werden ebenfalls einer gründlichen Risikobewertung unterworfen, bevor sie die Genehmigung zur Vermarktung erhalten.

¹ Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.C.
² Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.E.
³ Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.A.
⁴ Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.F.
⁵ Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.B.
⁶ Methode nach Richtlinie 67/548/EWG, Anhang V.C.4.D.

Der hier in Aussicht genommene Ansatz besteht darin, eine ergänzende Ad-hoc-Bewertung einzuführen, die nicht streng parallel zum Risikobewertungsverfahren in den beiden oben genannten Rechtsakten laufen muss. Statt dessen hat dieser ergänzende Bewertungsschritt den Zweck, die Gründe für das Versagen in der ersten Phase zu untersuchen, und bietet die Möglichkeit, das Inverkehrbringen zu genehmigen (vorausgesetzt, die Anforderungen an die biologische Primärabbaubarkeit sind erfüllt).

Hier ist zu beachten, dass dieses Vorgehen auf jeden Fall auf die Stoffe Anwendung finden würde, die unter die künftige Detergenzienverordnung fallen, wenn dies darin so vorgesehen ist.

Außerdem ist zu beachten, dass für Detergenzien und ihre Inhaltsstoffe ebenfalls alle horizontalen Rechtsakte über Stoffe und Zubereitungen mit den entsprechenden Risikobewertungen gelten.

Dementsprechend konzentriert sich der gewählte Ansatz auf die Elemente, die bei der Beurteilung hilfreich sind, ob ein negatives Resultat der Tests zur leichten biologischen Abbaubarkeit falschnegativ ist; mit Hilfe dieses Ansatzes soll außerdem eine Reihe weiterer Elemente zur Verfügung gestellt werden, die zur Beurteilung der umweltbezogenen Wirkungen des fraglichen Tensids und seiner Abbauprodukte als wesentlich erachtet werden.

Die Empfehlungen in der Stellungnahme des CSTEE werden berücksichtigt: so sollte die Risikobewertung nachdrücklich auf etwaige Metaboliten abstellen; außerdem sind Informationen über die Toxizität dieser Metaboliten ebenso wie über ihr Biokonzentrationspotenzial und ihre Verlagerung in die Sedimentphase erforderlich. Es ist zu betonen, dass bei der Entstehung abbauresistenter Metaboliten eine Risikobewertung durchgeführt werden sollte, und zwar gemäß den geltenden EU-Rechtsvorschriften über gefährliche Stoffe und den damit verknüpften technischen Leitfäden. Zudem: wenn für manche Metaboliten eine endokrine disruptive Wirkung angenommen wird, empfiehlt es sich, Daten zu dieser besonderen Gefahr zu verschaffen, sobald validierte Protokolle zur Bewertung dieser Art von Auswirkung zur Verfügung stehen.

Anhang V - Verzeichnis der Ausnahmeregelungen

Hier werden alle Tenside aufgeführt, für die eine Ausnahmeregelung genehmigt wird.

Anhang VI - Verzeichnis der nach dieser Verordnung verbotenen oder Beschränkungen unterworfenen Tenside

Hier werden alle Tenside aufgeführt, die den Bestimmungen dieser Verordnung erwiesenermaßen nicht entsprechen oder die als Ergebnis dieser Verordnung in ihrer Verwendung beschränkt sind.

Anhang VII - Verzeichnis der auf der Grundlage anderer gemeinschaftlicher Rechtsakte verbotenen Tenside

Hier werden Tenside aufgeführt, die unter diese Verordnung fallen und aufgrund anderer Rechtsakte der Gemeinschaft, insbesondere Richtlinie 76/769/EWG, verboten sind oder Beschränkungen unterliegen.

Anhang VIII - Kennzeichnung und Datenblatt über Inhaltsstoffe

Hier wird beschrieben, wie die Verpackung von Detergenzien in Bezug auf bestimmte Inhaltsstoffe, auf die empfohlenen Mengen für eine normale Waschmaschinenfüllung und auf die Zahl der Waschgänge, für die der Packungsinhalt ausreicht, zu kennzeichnen ist. Außerdem wird das Format für die Aufführung der Inhaltsstoffe auf dem Datenblatt vorgegeben, das für die Fachkräfte des Gesundheitswesens bestimmt ist.

Anhang IX - Verzeichnis der Prüf- und Analysemethoden

Hier werden die Test- und Analysemethoden beschrieben, die von den Mitgliedstaaten zur Kontrolle auf dem Markt befindlicher Detergenzien verwendet werden und die den geltenden Rechtsakten über Detergenzien anhängen.

Vorschlag für eine

VERORDNUNG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES

über Detergenzien

(Text von Bedeutung für den EWR)

DAS EUROPÄISCHE PARLAMENT UND DER RAT DER EUROPÄISCHEN UNION -

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Gemeinschaft, insbesondere auf Artikel 95,

auf Vorschlag der Kommission⁷,

nach Stellungnahme des Wirtschafts- und Sozialausschusses⁸,

gemäß dem Verfahren des Artikels 251 EG-Vertrag⁹,

in Erwägung nachstehender Gründe:

- (1) Die Richtlinie 73/404/EWG des Rates vom 22. November 1973 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Detergenzien¹⁰, zuletzt geändert durch die Richtlinie 86/94/EWG des Rates¹¹, die Richtlinie 73/405/EWG des Rates vom 22. November 1973 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über die Methoden zur Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit anionischer grenzflächenaktiver Substanzen¹², zuletzt geändert durch die Richtlinie 82/243/EWG des Rates¹³, und die Richtlinie 82/242/EWG des Rates vom 31. März 1982 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über die Methoden zur Kontrolle der biologischen Abbaubarkeit nichtionischer grenzflächenaktiver Substanzen und zur Änderung der Richtlinie 73/404/EWG¹⁴ sollten aus Gründen der Klarheit und Effizienz modernisiert und durch einen einzigen Text ersetzt werden; außerdem sollten Kennzeichnungsvorschriften für Detergenzien und Reinigungsmittel aus der Empfehlung 89/542/EWG der Kommission vom 13. September 1989 über die Kennzeichnung von Wasch- und Reinigungsmitteln¹⁵ einbezogen werden.
- (2) In Übereinstimmung mit den Grundsätzen der Subsidiarität und der Verhältnismäßigkeit gemäß Artikel 5 EG-Vertrag können die Ziele der in Betracht

⁷ ABl. C [...] vom [...], S. [...].

⁸ ABl. C [...] vom [...], S. [...].

⁹ Stellungnahme des Europäischen Parlaments vom ...

¹⁰ ABl. L 347 vom 17.12.1973, S. 51.

¹¹ ABl. L 80 vom 25.3.1986, S. 51.

¹² ABl. L 347 vom 17.12.1973, S. 53.

¹³ ABl. L 109 vom 22.4.1982, S. 18.

¹⁴ ABl. L 109 vom 22.4.1982, S. 1.

¹⁵ ABl. L 291 vom 10.10.1989, S. 55.

gezogenen Maßnahme zur Gewährleistung des Binnenmarktes im Bereich der Detergenzien ohne gemeinschaftsweit gemeinsame technische Kriterien von den Mitgliedstaaten einzeln nicht ausreichend verwirklicht werden und können daher besser durch eine Gemeinschaftsmaßnahme erreicht werden; diese Maßnahme sollte sich auf das Mindestmaß dessen beschränken, was nötig ist, um diese Ziele zu erreichen, und nicht darüber hinausgehen; das geeignete Rechtsinstrument ist die Verordnung, weil sie den Herstellern unmittelbar genau definierte Verpflichtungen auferlegt, die in der gesamten Gemeinschaft gleichzeitig und in gleicher Weise erfüllt werden müssen; im Bereich der technischen Rechtsakte ist eine einheitliche Anwendung in den Mitgliedstaaten notwendig, und dies kann nur durch eine Verordnung sichergestellt werden.

- (3) Der Begriff der Detergenzien muss neu bestimmt werden, damit gleichwertige Verwendungen abgedeckt sind und den Entwicklungen auf Ebene der Mitgliedstaaten Rechnung getragen wird.
- (4) Es ist erforderlich, den Begriff der Tenside zu bestimmen, da in den geltenden Rechtsvorschriften eine Definition fehlt.
- (5) Es ist wichtig, eine klare und präzise Beschreibung der relevanten Stufen des biologischen Abbaus zu geben.
- (6) Es sollten Maßnahmen ergriffen werden, um das Funktionieren des Binnenmarktes zu gewährleisten und eine Beschränkung des Wettbewerbs in der Gemeinschaft zu vermeiden.
- (7) Wie in dem Weißbuch der Kommission „Strategie für eine zukünftige Chemikalienpolitik“¹⁶ bekräftigt, sollten diese Maßnahmen ein hohes Umweltschutzniveau, insbesondere für die aquatische Umwelt, sicherstellen.
- (8) Detergenzien unterliegen bereits verschiedenen Gemeinschaftsbestimmungen in Bezug auf Herstellung, ordnungsgemäße Handhabung, Benutzung und Kennzeichnung, insbesondere der Empfehlung 89/542/EWG der Kommission und der Empfehlung 98/480/EG der Kommission vom 22. Juli 1998 zur umweltgerechten Handhabung von Haushaltswaschmitteln¹⁷; die Richtlinie 1999/45/EG des Europäischen Parlaments und des Rates vom 31. Mai 1999 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften der Mitgliedstaaten für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Zubereitungen¹⁸ gilt auch für Detergenzien.
- (9) Bis-(hydriertes Talgalkyl)-dimethylammoniumchlorid (DTDMAC) und Nonylphenol (einschließlich Ethoxylatderivaten - APEs) sind prioritär zu behandelnde Stoffe, für die auf Gemeinschaftsebene Risikobewertungsverfahren in Übereinstimmung mit der Verordnung (EWG) des Rates Nr. 793/93 vom 23. März 1993 zur Bewertung und Kontrolle der Umweltrisiken chemischer Altstoffe¹⁹ gelten; im Bedarfsfall werden angemessene Strategien zur Beschränkung der Risiken einer Exposition gegenüber

¹⁶ Dokument KOM(2001)88 endg.

¹⁷ ABl. L 215 vom 1.8.1998, S. 73.

¹⁸ ABl. L 200 vom 30.7.1999, S. 1.

¹⁹ ABl. L 84 vom 5.4.1993, S. 1.

diesen Stoffen empfohlen und im Rahmen anderer einschlägiger EG-Instrumente umgesetzt.

- (10) Die geltenden Rechtsvorschriften über die biologische Abbaubarkeit von Tensiden in Detergenzien decken lediglich die Primärabbaubarkeit²⁰ ab und gelten nur für anionische²¹ und nichtionische²² Tenside; sie müssen daher durch neue Rechtsvorschriften ersetzt werden, bei denen die biologische Endabbaubarkeit im Mittelpunkt steht und die die wichtigen Belange im Zusammenhang mit der potentiellen Toxizität persistenter Metaboliten behandeln.
- (11) Hierzu ist die Einführung einer neuen Testreihe auf der Grundlage von EN-ISO-Normen und OECD-Leitlinien erforderlich, die für die Erteilung direkter Genehmigungen für das Inverkehrbringen von Detergenzien gilt.
- (12) Damit ein hohes Umweltschutzniveau gewährleistet werden kann, sollen Detergenzien, die die in dieser Verordnung festgelegten Anforderungen nicht erfüllen, nicht in den Verkehr gebracht werden.
- (13) Am 25. November 1999 hat der Wissenschaftliche Ausschuss für Toxikologie, Ökotoxikologie und Umwelt eine Stellungnahme über die biologische Abbaubarkeit von Tensiden in Detergenzien und die Relevanz von Testmethoden für die regulative Kontrolle in diesem Bereich abgegeben.
- (14) Die bestehenden Anforderungen an die biologische Primärabbaubarkeit sind auf einer zweiten Hierarchieebene für diejenigen Tenside aufrechtzuerhalten, die die Prüfverfahren zur biologischen Endabbaubarkeit nicht bestanden haben; außerdem können Tenside, die an den Prüfverfahren zur biologischen Primärabbaubarkeit gescheitert sind, keine Genehmigung für das Inverkehrbringen über eine Ausnahmeregelung erhalten.
- (15) Die Anforderungen an die biologische Primärabbaubarkeit müssen auf alle Tenside ausgeweitet werden, insbesondere auf kationische und amphotere Tenside; dabei soll die Möglichkeit der Durchführung instrumenteller Analysen in denjenigen Fällen bestehen, in denen semispezifische Analyseverfahren nicht geeignet sind.
- (16) Die Bestimmung von Testverfahren zur biologischen Abbaubarkeit, die Festlegung von Kriterien für Ausnahmeregelungen und das Führen von Verzeichnissen der Ausnahmeregelungen sind technische Angelegenheiten, die überarbeitet werden müssen; dabei sind die technischen und wissenschaftlichen sowie die rechtlichen Entwicklungen zu berücksichtigen.
- (17) Prüfmethoden sollten Daten ergeben, die die aerobe biologische Abbaubarkeit von Tensiden in Detergenzien ausreichend bestätigen.
- (18) Methoden zur Prüfung der biologischen Abbaubarkeit von Tensiden in Detergenzien können variable Ergebnisse erbringen und müssen gegebenenfalls durch zusätzliche

²⁰ Richtlinie 73/404/EWG des Rates, ABl. L 347 vom 17.12.1973, S. 51, und Richtlinie 86/94/EWG des Rates, ABl. L 80 vom 25.3.1986, S. 51.

²¹ Richtlinie 73/405/EWG des Rates, ABl. L 347 vom 17.12.1973, S. 53, und Richtlinie 82/243/EWG des Rates, ABl. L 109 vom 22.4.1982, S. 18.

²² Richtlinie 82/242/EWG des Rates, ABl. L 109 vom 22.4.1982, S. 1.

Bewertungen ergänzt werden, um die Risiken einer fortgesetzten Verwendung zu bestimmen.

- (19) Es sollten außerdem Bestimmungen für Fälle vorgesehen werden, in denen solche in Detergenzien verwendeten Tenside ausnahmsweise in den Verkehr gebracht werden dürfen, die an der Prüfung der biologischen Endabbaubarkeit gescheitert sind; dies sollte auf der Grundlage aller einschlägigen Informationen zur Gewährleistung des Schutzes der Umwelt und durch Einzelfallprüfung erfolgen.
- (20) Da die zur Einführung dieser Verordnung erforderlichen Maßnahmen im Sinne des Artikels 2 des Beschlusses 1999/468/EG des Rates vom 28. Juni 1999 zur Festlegung der Modalitäten für die Ausübung der der Kommission übertragenen Durchführungsbefugnisse²³ Maßnahmen von allgemeiner Tragweite sind, sollten sie nach dem Regelungsverfahren des Artikels 5 des Beschlusses erlassen werden.
- (21) Es ist angezeigt, auf andere horizontale Rechtsvorschriften hinzuweisen, die für in Detergenzien verwendete Tenside gelten, insbesondere auf die Richtlinie 76/769/EWG des Rates vom 27. Juli 1976, durch die das Inverkehrbringen und die Verwendung gefährlicher Stoffe, die unter die vorliegende Verordnung fallen, gegebenenfalls verboten oder beschränkt wird²⁴, außerdem auf die Richtlinie 67/548/EWG vom 27. Juni 1967 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe an den technischen Fortschritt²⁵, auf die Richtlinie 93/67/EWG der Kommission vom 20. Juli 1993 zur Festlegung von Grundsätzen für die Bewertung der Risiken neuer Stoffe für Mensch und Umwelt²⁶ oder auf die Verordnung (EWG) Nr. 793/93 und die Verordnung (EG) Nr. 1488/94 vom 28. Juni 1994 zur Festlegung von Grundsätzen für die Bewertung der von Altstoffen ausgehenden Risiken für Mensch und Umwelt²⁷.
- (22) Die Hersteller sollten Detergenzien nicht in den Verkehr bringen dürfen, die die Bestimmungen dieser Verordnung nicht erfüllen, sowie dazu verpflichtet sein, die entsprechenden technischen Unterlagen für alle Stoffe und Zubereitungen, die unter diese Verordnung fallen, den nationalen Behörden zur Verfügung zu halten; dies sollte auch für Tenside gelten, die die Prüfungen gemäß Anhang III nicht bestanden haben.
- (23) Die Hersteller sollten die Möglichkeit haben, eine Ausnahmeregelung zu beantragen, und der Kommission sollte es möglich sein, eine solche Ausnahmeregelung gemäß dem in dieser Verordnung vorgesehenen Ausschussverfahren zu genehmigen.
- (24) Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten sollten in der Lage sein, Maßnahmen zur Kontrolle im Verkehr befindlicher Detergenzien anzuwenden, sie sollten jedoch eine Wiederholung von durch die befugten Labors durchgeführten Prüfungen vermeiden.
- (25) Die Kennzeichnungsbestimmungen sollten aufrechterhalten werden, einschließlich derjenigen der Empfehlung 89/542/EWG über die Kennzeichnung von Wasch- und Reinigungsmitteln, die zur Verwirklichung des Ziels, die Regelungen für

²³ Abl. L 184 vom 17.7.1999, S. 51.

²⁴ ABl. L 262 vom 27.9.1976, S. 201.

²⁵ ABl. L 196 vom 16.8.1967, S. 1.

²⁶ ABl. L 227 vom 8.9.1993, S. 9.

²⁷ ABl. L 161 vom 29.6.1994, S. 3.

Detergenzienprodukte zu modernisieren, einbezogen wird. Eine besondere Kennzeichnung wird zur Information der Verbraucher über Duft- und Konservierungsstoffe in Detergenzien eingeführt. Fachkräfte des Gesundheitswesens sollten die Möglichkeit haben, bei den Herstellern ein vollständiges Verzeichnis aller Inhaltsstoffe eines Detergens anzufordern, um auf dieser Grundlage etwaige kausale Zusammenhänge zwischen der Entwicklung einer allergischen Reaktion und der Exposition gegenüber einem speziellen chemischen Stoff untersuchen zu können.

- (26) Alle vorgenannten Punkte machen neue Rechtsvorschriften erforderlich, die an die Stelle der geltenden Bestimmungen treten; allerdings können die Mitgliedstaaten ihre geltenden Rechtsvorschriften für einen Zeitraum von höchstens achtzehn Monaten beibehalten.
- (27) Die technischen Anhänge dieser Verordnung sind im Ausschussverfahren anzupassen.
- (28) Detergenzien, die mit dieser Verordnung übereinstimmen, sollten - unbeschadet anderer einschlägiger Gemeinschaftsbestimmungen - die Genehmigung für das Inverkehrbringen erhalten.
- (29) Um den Schutz von Mensch und Umwelt vor unvorhergesehenen Risiken durch Detergenzien sicherzustellen, ist eine Schutzklausel erforderlich.
- (30) Die für die biologische Abbaubarkeit von Tensiden festgelegten Prüfverfahren sollten in Labors durchgeführt werden, die einer international anerkannten Norm, nämlich EN/ISO/IEC/17025, entsprechen; die Anwendung der letztgenannten Bestimmung auf bestehende Tenside zu fordern, wäre insoweit nicht gerechtfertigt, als die zu ihrer Prüfung verfügbaren Verfahren vor dem Inkrafttreten der genannten Norm durchgeführt wurden und immer noch ein vergleichbares wissenschaftliches Qualitätsniveau bieten.
- (31) Die Fragen im Zusammenhang mit dem anaeroben biologischen Abbau, mit dem biologischen Abbau der wichtigsten organischen Inhaltsstoffe von Detergenzien, die nicht zu den Tensiden gehören, und mit dem Phosphatgehalt sollten durch die Kommission überprüft werden; dem Europäischen Parlament und dem Rat sollte ein Vorschlag unterbreitet werden, sofern dies gerechtfertigt ist.
- (32) Die fünf Richtlinien und die Empfehlung der Kommission, die im ersten Erwägungsgrund genannt wurden, werden durch diese Verordnung ersetzt und sollten aufgehoben werden -

HABEN FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

Ziele und Anwendungsbereich

1. Diese Verordnung legt die Regelungen fest, durch die der freie Warenverkehr für Detergenzien und für Tenside, die für Detergenzien bestimmt sind, im Binnenmarkt verwirklicht werden soll; gleichzeitig soll ein hohes Umweltschutzniveau sichergestellt werden.

2. Zu diesem Zweck werden in dieser Verordnung Regelungen festgelegt für:
 - die biologische Abbaubarkeit von in Detergenzien verwendeten Tensiden und
 - die Kennzeichnung von Detergenzien.

Artikel 2 **Begriffsbestimmungen**

Im Sinne dieser Verordnung bezeichnet der Begriff:

1. „Detergens“: einen Stoff oder eine Zubereitung, der/die Seifen oder andere Tenside enthält und für Waschprozesse auf Wasserbasis bestimmt ist. Detergenzien können die unterschiedlichsten Formen haben (Flüssigkeit, Puder, Paste, Riegel, Tafel, geformte Stücke, Figuren usw.) und zu Haushaltszwecken und/oder institutionellen und/oder industriellen Zwecken verwendet werden. Andere Produkte, die gemäß dieser Begriffsbestimmung zu den Detergenzien zählen, sind in Anhang I.A aufgeführt.
2. „Waschen“: das Reinigen von Wäsche, Textilerzeugnissen, Geschirr oder Küchenutensilien.
3. „Reinigung“: gemäß der Definition von EN ISO 862.
4. „Stoff“: chemische Elemente und ihre Verbindungen in natürlicher Form oder hergestellt durch ein Produktionsverfahren, einschließlich der zur Wahrung der Produktstabilität notwendigen Zusatzstoffe und der bei der Herstellung unvermeidbaren Verunreinigungen, mit Ausnahme von Lösungsmitteln, die von dem Stoff ohne Beeinträchtigung seiner Stabilität und ohne Änderung seiner Zusammensetzung abgetrennt werden können.
5. „Zubereitung“: Gemenge, Gemische und Lösungen, die aus zwei oder mehreren Stoffen bestehen.
6. „Tensid“: in Detergenzien verwendete organische Stoffe und/oder Zubereitungen, die aufgrund ihrer grenzflächenwirksamen Eigenschaften vorsätzlich zur Reinigung, zum Nachwaschen, Weichspülen und/oder zu einem anderen Zweck zugefügt werden und die aus einer oder mehreren hydrophilen und einer oder mehreren hydrophoben Gruppen solcher Art und Größe bestehen, dass sich Micellen bilden können.
7. „Primärabbau“: Veränderung der Struktur eines Tensids (Umwandlung) durch Mikroorganismen, wodurch seine grenzflächenwirksamen Eigenschaften infolge des Abbaus des Ausgangsstoffes und des damit einhergehenden Verlusts von dessen grenzflächenwirksamer Eigenschaft verloren gehen (gemessen nach den in Anhang II aufgeführten Prüfmethoden).
8. „aerober Endabbau“: Grad des erzielten biologischen Abbaus, wenn das Tensid in Gegenwart von Luftsauerstoff von Mikroorganismen total aufgebraucht wird, wodurch es in Kohlendioxid, Wasser und Mineralsalze anderer gegenwärtiger

Elemente (Mineralisierung), gemessen nach in Anhang III aufgeführten Verfahren, und neue mikrobielle zelluläre Bestandteile (Biomasse) umgesetzt wird.

9. „Inverkehrbringen“: Einführung in den Gemeinschaftsmarkt und damit Bereitstellung für Dritte, ob gegen Entgelt oder ohne Entgelt. Die Einfuhr in das Zollgebiet der Gemeinschaft wird als Inverkehrbringen betrachtet.
10. "Hersteller": natürliche oder juristische Person (einschließlich der Importeure), die ein Detergens und/oder ein für Detergenzien bestimmtes Tensid in den Verkehr bringt.

Artikel 3 **Inverkehrbringen**

1. Detergenzien und für Detergenzien bestimmte Tenside gemäß Artikel 1 entsprechen zum Zeitpunkt ihres Inverkehrbringens auf dem Gemeinschaftsmarkt den Bedingungen, Merkmalen und Beschränkungen, die in dieser Verordnung und ihren Anhängen festgelegt sind.
2. Die Hersteller von Detergenzien und/oder von für Detergenzien bestimmten Tensiden sind in der Gemeinschaft niedergelassen.
3. Die Hersteller sind für die Übereinstimmung der Detergenzien und der für Detergenzien bestimmten Tenside mit den Bestimmungen dieser Verordnung und ihrer Anhänge verantwortlich.

Artikel 4 **Beschränkungen für das Inverkehrbringen**

1. Enthält ein Detergens Tenside, deren aerobe Endabbaurate unter dem in Anhang III bestimmten Wert liegt, so können die Hersteller von tensidhaltigen Detergenzien und/oder von für Detergenzien bestimmten Tensiden eine Ausnahmeregelung beantragen. Anträge auf eine Ausnahmeregelung erfolgen gemäß den Bestimmungen der Artikel 5 und 9.
2. Die Primärabbaurate wird für alle Tenside in Detergenzien gemessen, die die Verfahren zur Prüfung des aeroben biologischen Endabbaus nicht bestehen. Für Detergenzien bestimmte Tenside mit einer Primärabbaurate unter dem in Anhang II bestimmten Wert erhalten keine Ausnahmeregelung.

Artikel 5 **Genehmigung einer Ausnahmeregelung**

1. Hersteller können um eine Ausnahmeregelung ersuchen, indem sie den in Artikel 8 Absatz 1 genannten zuständigen Behörden des betreffenden Mitgliedstaats einen Antrag unterbreiten, der Nachweise in Bezug auf die in Artikel 6 Absatz 1 genannten Kriterien enthält.
2. Die Anträge umfassen technische Unterlagen mit sämtlichen Informationen und Begründungen, die zur Bewertung der Sicherheitsaspekte in Bezug auf die

spezifische Verwendung von Tensiden in solchen Detergenzien erforderlich sind, die den in Anhang II und III festgelegten Mindestwerten für die biologische Abbaubarkeit nicht entsprechen.

Über die Ergebnisse der Prüfungen nach Anhang III hinaus umfassen die technischen Unterlagen die Ergebnisse von Prüfungen nach Anhang II und IV.

3. Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten, bei denen Anträge auf Genehmigung einer Ausnahmeregelung gemäß Absatz 1 und 2 gestellt werden, überprüfen die Anträge, bewerten ihre Übereinstimmung mit den Bedingungen für Ausnahmeregelungen und informieren die Kommission unverzüglich über die Ergebnisse.

Hält die zuständige Behörde eines Mitgliedstaats dies zur Bewertung eines etwaigen Risikos durch einen Stoff und/oder eine Zubereitung für erforderlich, so kann sie weitere Informationen, Verifikations- und/oder Bestätigungstests für diese Stoffe und/oder Zubereitungen oder ihre Transformationsprodukte, welche ihr gemäß dieser Verordnung gemeldet wurden oder über die sie gemäß dieser Verordnung informiert wurde, anfordern.

4. Die Kommission kann nach dem Verfahren des Artikels 12 Absatz 2 eine Ausnahmeregelung genehmigen. Falls dies vor Genehmigung der Ausnahmeregelung erforderlich ist, kann die Kommission die in Absatz 3 genannten Angelegenheiten weiter bewerten.
5. Derartige Ausnahmeregelungen können das Inverkehrbringen und die Verwendung von Tensiden in Detergenzien erlauben, beschränken oder stark einschränken, je nach Ergebnis der ergänzenden Risikobewertung gemäß Anhang IV dieser Verordnung. Sie können eine Frist für die Einstellung des Inverkehrbringens und der Verwendung von Tensiden in Detergenzien beinhalten.
6. Die Kommission veröffentlicht das Verzeichnis der Tenside, für die eine Ausnahmeregelung genehmigt wurde, mit den entsprechenden Bedingungen oder Beschränkungen für die Verwendung nach Anhang V.

Artikel 6

Verweigerung einer Ausnahmeregelung

1. Die Kommission kann einen Antrag auf Genehmigung einer Ausnahmeregelung auf der Grundlage der nachstehenden Kriterien ablehnen:
 - Verwendung in großen Mengen;
 - Verwendung in weit verbreiteten Anwendungen, wie die Verwendung durch die Allgemeinheit, und nicht in weniger verbreiteten Anwendungen wie der spezialisierten industriellen und/oder institutionellen Reinigung;
 - sozio-ökonomischer Nutzen wiegt die Auswirkungen auf die menschliche Gesundheit und die Umwelt nicht auf.
2. Solange die Kommission nicht über einen Antrag auf Ausnahmeregelung entschieden hat, kann die Verwendung des fraglichen Tensids beibehalten werden,

vorausgesetzt, der Hersteller kann belegen, dass das Tensid bereits zum Zeitpunkt des Inkrafttretens dieser Verordnung auf dem Gemeinschaftsmarkt verwendet wurde, und dass der Antrag auf Genehmigung einer Ausnahmeregelung innerhalb von zwei Jahren im Anschluss gestellt wurde. Verweigert die Kommission die Genehmigung einer Ausnahmeregelung für ein Tensid, kann sie eine Übergangszeit festsetzen, während derer die Verwendung des fraglichen Tensids eingestellt wird. Diese Übergangszeit darf nicht länger als zwei Jahre sein.

Artikel 7

Prüfung von Tensiden und Verzeichnis der verbotenen oder in ihrer Verwendung beschränkten Tenside

1. Alle in Artikel 3 und 4 und in Anhang II, III, IV und IX genannten Tests werden in Übereinstimmung mit der in Anhang I.B.1 bezeichneten Norm durchgeführt. Werden Tenside in Detergenzien verwendet, die vor dem Inkrafttreten der oben genannten Norm in den Verkehr gebracht wurden, können vorhandene Prüfungen von Fall zu Fall anerkannt werden, wenn sie unter Nutzung der zu der Zeit „besten wissenschaftlichen Erkenntnisse“ und gemäß einem der Norm in Anhang I.B.1 vergleichbaren Standard durchgeführt wurden. Der Hersteller oder der Mitgliedstaat kann der Kommission Zweifels- oder Streitfälle unterbreiten. Daraufhin wird eine Entscheidung nach dem Verfahren des Artikels 12 Absatz 2 getroffen.
2. Tenside, die verboten oder in ihrer Verwendung beschränkt sind, weil sie nicht mit der Verordnung übereinstimmen, werden in Anhang VI aufgeführt.
3. In Anhang VII verzeichnete Tenside sind infolge anderer gemeinschaftlicher Rechtsvorschriften, insbesondere der Richtlinie 76/769/EWG, ebenfalls zur Verwendung in Detergenzien verboten oder in ihrer Verwendung in Detergenzien eingeschränkt, unabhängig von den Ergebnissen der Prüfungen nach Anhang II, III und IV.

Artikel 8

Pflichten der Mitgliedstaaten

1. Die Mitgliedstaaten benennen die zuständige Behörde oder die zuständigen Behörden, die für die Meldung und den Austausch von Informationen zur Verwaltung dieser Verordnung verantwortlich ist/sind, und teilen der Kommission Bezeichnung und vollständige Anschrift dieser Behörde/n mit.
2. Die einzelnen Mitgliedstaaten teilen den anderen Mitgliedstaaten und der Kommission das Verzeichnis der Labors unter Angabe der vollständigen Bezeichnung und Anschrift mit, die für die Durchführung der Prüfverfahren nach dieser Verordnung und ihren Anhängen befähigt und befugt sind. Die Mitgliedstaaten weisen die Befähigung der oben genannten Labors entsprechend den in Anhang I.B bezeichneten Normen nach.
3. Sieht eine zuständige Behörde eines Mitgliedstaats Anlass zu der Annahme, dass ein befugtes Labor nicht über die in Absatz 2 genannte Befähigung verfügt, so befasst sie den nach Artikel 12 eingerichteten Ausschuss mit diesem Fall. Beschließt die Kommission, dass das Labor nicht über die nach Absatz 2 erforderliche Befähigung

verfügt, wird der Name des befugten Labors aus dem in Absatz 4 genannten Verzeichnis gestrichen. Es gilt Artikel 15 Absatz 2.

4. Die Kommission veröffentlicht die Verzeichnisse der in Absatz 1 genannten zuständigen Behörden und der in Absatz 2 genannten befugten Labors im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften*.

Artikel 9

Pflichten der Hersteller

1. Hersteller, die die Zubereitungen und/oder Stoffe in den Verkehr bringen, für die diese Verordnung gilt, halten Folgendes für die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten zur Verfügung:
 - Informationen über ein oder mehrere Ergebnisse der Prüfverfahren nach Anhang III;
 - für die Tenside, die an den Prüfungen nach Anhang III gescheitert sind und für die ein Antrag auf Ausnahmeregelung nach Artikel 5 gestellt wurde:
 - i) technische Unterlagen über die Ergebnisse von Prüfungen nach Anhang II,
 - ii) technische Unterlagen über die Ergebnisse von Prüfungen nach Anhang IV.
2. Werden Stoffe und Zubereitungen, für die diese Verordnung gilt, in den Verkehr gebracht, ist der Hersteller für die korrekte Durchführung der oben genannten einschlägigen Tests verantwortlich. Außerdem verfügt er über eine Dokumentation über die durchgeführten Prüfungen zum Nachweis der Übereinstimmung mit der Verordnung und als Beleg dafür, dass er die Eigentumsrechte in Bezug auf die Prüfergebnisse nutzen kann, die noch kein offenkundiges technisches Wissen darstellen.
3. Hersteller, die die Zubereitungen, die unter diese Verordnung fallen, in den Verkehr bringen, stellen auf Anfrage unverzüglich und kostenfrei allen Fachkräften des Gesundheitswesens ein Datenblatt zur Verfügung, auf dem alle Inhaltsstoffe nach *Anhang VIII.C* verzeichnet sind.

Artikel 10

Kontrollmaßnahmen

1. Die zuständigen Behörden der Mitgliedstaaten können geeignete Kontrollmaßnahmen für auf dem Markt befindliche Detergenzien ergreifen, indem sie die in Anhang IX genannten Prüf- und Analyseverfahren anwenden. Diese Kontrollmaßnahmen verpflichten Hersteller nicht, Prüfungen zu wiederholen, die bereits von Labors durchgeführt wurden, die die Bedingungen nach Artikel 8 Absatz 2 erfüllen, oder für eine Wiederholung oder eine zusätzliche Prüfung zu zahlen, vorausgesetzt, die erste Prüfung hat die Übereinstimmung von Detergenzien oder von in Detergenzien verwendeten Tensiden mit dieser Verordnung erwiesen.

2. Werden falschpositive Ergebnisse der Prüfmethoden von Anhang II, III, IV oder IX angenommen, teilen die zuständigen Behörden des betreffenden Mitgliedstaats dies der Kommission mit; diese kann daraufhin in Übereinstimmung mit dem in Artikel 12 Absatz 2 festgelegten Verfahren diese Ergebnisse überprüfen und die erforderlichen Maßnahmen treffen.

Artikel 11

Kennzeichnung

1. Die Bestimmungen dieses Artikels berühren nicht die Bestimmungen in Bezug auf die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe und Zubereitungen in der Richtlinie 67/548/EWG und der Richtlinie 1999/45/EG zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften der Mitgliedstaaten für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Zubereitungen.
2. Auf den Verpackungen, in denen die Detergenzien dem Verbraucher angeboten werden, müssen leserlich, deutlich und unverwischbar folgende Angaben angebracht sein:
 - a) Benennung des Erzeugnisses;
 - b) Name oder Firma und Anschrift oder Schutzmarke dessen, der für das Inverkehrbringen verantwortlich ist;
 - c) die Anschrift, unter der das in Artikel 9 Absatz 3 genannte Datenblatt erhältlich ist.

Die gleichen Angaben müssen in den Begleitpapieren von lose beförderten Detergenzien enthalten sein.

3. Auf der Verpackung von Detergenzien wird der Inhalt gemäß den entsprechenden Vorschriften in Anhang VIII.A angegeben.
4. Zusätzlich zu den oben genannten Angaben werden auf der Verpackung von Detergenzien, die an die Allgemeinheit verkauft werden und zur Verwendung als Waschmittel bestimmt sind, die in Anhang VIII.B vorgesehenen Informationen angegeben.
5. Gibt es in einem Mitgliedstaat nationale Anforderungen für die Kennzeichnung in der/den Amtssprache/n dieses Landes, teilt der Mitgliedstaat dies der Kommission mit, und der Hersteller entspricht dieser Anforderung in Bezug auf die Informationen gemäß Absatz 3 und 4.

Artikel 12

Ausschussverfahren

1. Die Kommission wird von einem Ausschuss unterstützt, der aus Vertretern der Mitgliedstaaten besteht und in dem ein Vertreter der Kommission den Vorsitz führt.

2. Wird auf das Verfahren dieses Absatzes Bezug genommen, so gilt das in den Artikeln 5 und 7 des Beschlusses 1999/468/EG vorgesehene Verfahren unter Beachtung des Artikels 8 des Beschlusses.
3. Der in Artikel 5 Absatz 6 des Beschlusses 1999/468/EG vorgesehene Zeitraum beträgt drei Monate.
4. Der Ausschuss gibt sich eine Geschäftsordnung.

Artikel 13 **Anpassung der Anhänge**

Die zur Anpassung der Anhänge I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII und IX erforderlichen Änderungen erfolgen gemäß dem in Artikel 12 Absatz 2 festgelegten Verfahren, wenn möglich unter Verwendung europäischer Normen.

Artikel 14 **Klausel über den freien Warenverkehr**

Die Mitgliedstaaten verbieten, beschränken oder behindern nicht das Inverkehrbringen von Detergenzien und/oder Tensiden für Detergenzien, die den Anforderungen dieser Verordnung entsprechen.

Artikel 15 **Schutzklausel**

1. Hat ein Mitgliedstaat gerechtfertigten Grund zu der Annahme, dass ein bestimmtes Detergens trotz Einhaltung der Vorschriften dieser Verordnung ein Risiko für die Sicherheit oder die Gesundheit von Menschen oder Tieren darstellt oder die Umwelt gefährdet, so kann er das Inverkehrbringen dieses Detergens in seinem Hoheitsgebiet vorläufig untersagen oder besonderen Bedingungen unterwerfen.

Er teilt dies unter Angabe der Gründe für seine Entscheidung unverzüglich den anderen Mitgliedstaaten und der Kommission mit.
2. Nach Konsultierung der Mitgliedstaaten oder gegebenenfalls des zuständigen technischen oder wissenschaftlichen Ausschusses der Kommission ist innerhalb von neunzig Tagen gemäß dem in Artikel 12 Absatz 2 genannten Verfahren über die Angelegenheit zu entscheiden.

Artikel 16 **Zu ersetzende Rechtsvorschriften**

1. Hiermit werden die folgenden Richtlinien mit Wirkung ab dem Zeitpunkt des Inkrafttretens dieser Verordnung aufgehoben.
 - Richtlinie 73/404/EWG;
 - Richtlinie 73/405/EWG;

- Richtlinie 82/242/EWG;
 - Richtlinie 82/243/EWG und
 - Richtlinie 86/94/EWG.
2. Verweise auf die oben genannten Richtlinien gelten als Verweise auf diese Verordnung.
 3. Die Empfehlung 89/542/EWG über die Kennzeichnung von Wasch- und Reinigungsmitteln, die in den Anwendungsbereich dieser Verordnung fallen, wird hiermit aufgehoben.

Artikel 17

Strafmaßnahmen bei Verstößen

1. Spätestens ab dem Zeitpunkt des Inkrafttretens dieser Verordnung erlassen die Mitgliedstaaten:
 - geeignete Rechts- und Verwaltungsvorschriften zur Behandlung von Verstößen gegen die Bestimmungen dieser Verordnung und
 - abschreckende, wirksame und verhältnismäßige Strafmaßnahmen für derartige Verstöße.
2. Sie unterrichten die Kommission unverzüglich davon.

Artikel 18

Inkrafttreten

Diese Verordnung tritt 18 Monate nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften* in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Geschehen zu Brüssel,

Im Namen des Europäischen Parlaments
Die Präsidentin

Im Namen des Rates
Der Präsident

ANHANG I

A. Verzeichnis der zu den Detergenzien zählenden Produkte

Folgende Erzeugnisse, die Seife oder andere Tenside enthalten, fallen ebenfalls unter den Begriff „Detergens“ nach Artikel 2 Absatz 1:

- „zubereitete Waschhilfsmittel“ zum Einweichen (Vorwaschen), Nachwaschen oder Bleichen von Kleidungsstücken, Haushaltswäsche usw.;
- „Weichspüler für Wäsche“ zur Veränderung des Griffs von Textilien in Prozessen, die die Textilwäsche ergänzen;
- „zubereitetes Reinigungsmittel“, etwa für Haushalts-Allzweckreiniger und/oder andere Oberflächenreinigung auf Wasserbasis (z. B. Werkstoffe, Produkte, Maschinen, Geräte, Transportmittel und entsprechende Ausrüstung, Instrumente, Apparate usw.);
- „andere zubereitete Reinigungs- und Waschmittel“ für alle anderen Prozesse auf Wasserbasis.

B. Normen zur Akkreditierung von Labors, die befähigt und befugt sind, die Dienstleistungen zu erbringen, die zur Überprüfung der Übereinstimmung von EG-Detergenzien mit den Anforderungen dieser Verordnung und ihrer Anhänge erforderlich sind

1. Auf Ebene der Labors anzuwendende Normen:

EN ISO/IEC 17025, Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierungslaboratorien.

2. Auf Ebene der Akkreditierungsstellen anzuwendende Normen:

EN 45003, Akkreditierungssysteme für Kalibrier- und Prüflaboratorien, Allgemeine Anforderungen für Betrieb und Anerkennung.

ANHANG II

Methoden zur Prüfung der biologischen Primärabbaubarkeit von Tensiden in Detergenzien

Die Messung der biologischen Primärabbaubarkeit erfolgt durch die Bestimmung der Abnahme der Ausgangstenside in biologisch abgebauten Versuchsflüssigkeiten. Dieser *Anhang* beginnt mit einem Verzeichnis gemeinsamer Prüfmethoden für alle Tensid-Klassen; unter A bis D werden dann die spezifischen analytischen Prüfverfahren für die einzelnen Tensid-Klassen aufgeführt.

Das Zulässigkeitskriterium für die biologische Primärabbaubarkeit liegt bei einer Rate von mindestens 80 % und wird nach den weiter unten beschriebenen Prüfungen gemessen.

Die Referenzmethode für die Laborprüfung von Tensiden im Rahmen dieser Verordnung basiert auf dem „*Confirmatory test*“-Verfahren (Bestätigungstest) der OECD-Methode und wird in Anhang IX.1 dargestellt. Änderungen an dem Bestätigungstest-Verfahren sind zulässig, vorausgesetzt, sie entsprechen der Norm EN ISO 11733.

PRÜFMETHODEN

1. Die OECD-Methode, veröffentlicht im technischen Bericht der OECD vom 11. Juni 1976 über den „Vorschlag einer Methode zur Bestimmung der biologischen Abbaubarkeit von Tensiden in synthetischen Detergenzien“.
2. Die in Frankreich geltende Methode, genehmigt durch „*Arrêté*“ vom 24. Dezember 1987, der im *Journal Officiel de la République Française* vom 30. Dezember 1987, Seite 15385, veröffentlicht wurde, und die Norm NF 73-260 vom Juni 1981, herausgegeben von der *Association Française de Normalisation* (AFNOR).
3. Die in Deutschland verwendete Methode, festgelegt durch die „Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln“ vom 30. Januar 1977, die im Bundesgesetzblatt 1977, Teil I, Seite 244, veröffentlicht wurde, in der Fassung der Verordnung zur Änderung dieser Verordnung vom 18. Juni 1980, die im Bundesgesetzblatt 1980, Teil I, Seite 706, veröffentlicht wurde.
4. Die im Vereinigten Königreich unter der Bezeichnung „*Porous Pot Test*“ verwendete Methode, die im technischen Bericht Nr. 70 (1978) des *Water Research Center* beschrieben ist.
5. Das „*Confirmatory test*“-Verfahren der OECD-Methode, dargestellt in Anhang IX.1 (einschließlich etwaiger Änderungen an den Betriebsbedingungen entsprechend EN-ISO 11733). Dieses Verfahren kommt auch als Referenzmethode im Falle von Rechtsstreitigkeiten zur Anwendung.

A. Analytische Methoden für anionische Tenside

Die Bestimmung anionischer Tenside erfolgt im Rahmen der Prüfungen durch MBAS(methylenblauaktive Substanz)-Analyse entsprechend den Kriterien von Anhang IX.2.

Für diejenigen anionischen Tenside, die nicht auf die oben genannte MBAS-Methode reagieren, oder für den Fall, dass dies aus Gründen der Effizienz oder Präzision angemessener erscheint (Begründungspflicht), können für das zu untersuchende Tensid geeignete und spezifische instrumentelle Analysen durchgeführt werden. Proben des reinen Tensids, das untersucht werden soll, stellt der Hersteller den zuständigen Behörden des Mitgliedstaats auf Anfrage zur Verfügung.

B. Analytische Methoden für nichtionische Tenside

Die Bestimmung nichtionischer Tenside erfolgt im Rahmen der Prüfungen durch BiAS(bismutaktive Substanz)-Analyse entsprechend dem Analyseverfahren nach Anhang IX.3.

Für diejenigen nichtionischen Tenside, die nicht auf die oben genannte BiAS-Methode reagieren, oder für den Fall, dass dies aus Gründen der Effizienz oder Präzision angemessener erscheint (Begründungspflicht), können für das zu untersuchende Tensid geeignete und spezifische instrumentelle Analysen durchgeführt werden. Proben des reinen Tensids, das untersucht werden soll, stellt der Hersteller den zuständigen Behörden des Mitgliedstaats auf Anfrage zur Verfügung.

C. Analytische Methoden für kationische Tenside

Die Bestimmung kationischer Tenside erfolgt im Rahmen der Prüfungen durch DBAS(disulfonblauaktive Substanz)-Analyse entsprechend folgenden DBAS-Verfahren:

die in der Bundesrepublik Deutschland angewendete Methode, (1989) DIN 38 409 – Ausgabe: 1989-07.

Für diejenigen kationischen Tenside, die nicht auf die oben genannte Prüfmethode reagieren, oder für den Fall, dass dies aus Gründen der Effizienz oder Präzision angemessener erscheint (Begründungspflicht), können für das zu untersuchende Tensid geeignete und spezifische instrumentelle Analysen durchgeführt werden. Proben des reinen Tensids, das untersucht werden soll, stellt der Hersteller den zuständigen Behörden des Mitgliedstaats auf Anfrage zur Verfügung.

D. Analytische Methoden für amphotere Tenside

Die Bestimmung amphoterer Tenside erfolgt im Rahmen der Prüfungen durch Analysen gemäß den nachstehend genannten Verfahren:

1. Keine kationischen Tenside:

die in der Bundesrepublik Deutschland angewendete Methode, (1989) DIN 38 409 – Teil 20.

2. Ansonsten:

die Orange-II-Methode (Boiteux, 1984).

Für diejenigen amphoteren Tenside, die nicht auf die oben genannten Prüfungen reagieren, oder für den Fall, dass dies aus Gründen der Effizienz oder Präzision angemessener erscheint (Begründungspflicht), können für das zu untersuchende Tensid geeignete und spezifische instrumentelle Analysen durchgeführt werden. Proben des reinen Tensids, das untersucht werden soll, stellt der Hersteller den zuständigen Behörden des Mitgliedstaats auf Anfrage zur Verfügung.

ANHANG III

Methoden zur Prüfung der biologischen Endabbaubarkeit (Mineralisierung) von Tensiden in Detergenzien

A. Die Referenzmethode dieser Verordnung zur Laborprüfung der biologischen Endabbaubarkeit von Tensiden basiert auf der Norm EN ISO 14593: 1999 (CO₂-Headspace-Test)

Tenside in Detergenzien gelten als biologisch abbaubar, wenn die auf der Grundlage eines der fünf nachstehenden Prüfverfahren²⁸ gemessene Rate des biologischen Abbaus (Mineralisierung) innerhalb von achtundzwanzig Tagen mindestens 60 % beträgt:

1. Norm EN ISO 14593: 1999. Wasserqualität - Bewertung der aeroben Endabbaubarkeit organischer Verbindungen im wässrigen Medium - Methode zur Analyse von anorganischem Kohlenstoff im verschlossenen Gefäß (CO₂-Headspace-Test): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung. (Referenzmethode)
2. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.C [CO₂-Entwicklungstest - Modifizierter Sturm-Test]: ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung.
3. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.E (geschlossener Flaschentest): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung.
4. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.D (manometrischer Respirationstest): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung.
5. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.F (MITI-Test: Ministry of International Trade and Industry - Japan): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung.

B. Je nach den physikalischen Eigenschaften des Tensids kann eine der nachstehenden Methoden bei angemessener Begründung verwendet werden²⁹. Das Zulässigkeitskriterium dieser Methoden von mindestens 70 % ist als gleichwertig mit dem Zulässigkeitskriterium der unter Punkt A (oben) aufgeführten Methoden von mindestens 60 % zu betrachten. Die Entscheidung, welche der nachstehenden Methoden geeignet ist, erfolgt von Fall zu Fall gemäß Artikel 5 dieser Verordnung.

1. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.A (DOC-Die Away Test - Abnahme von gelöstem organischem Kohlenstoff): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung. Das

²⁸ Diese fünf Prüfverfahren haben sich als für Tenside am besten geeignet erwiesen.

²⁹ Die DOC-Methoden könnten Ergebnisse über die Abnahme, aber nicht über den biologischen Abbau bringen. Der manometrische Respirationstest und der MITI-Test wären in einigen Fällen nicht geeignet, da die anfänglich hohe Testkonzentration hemmend wirken könnte.

Zulässigkeitskriterium für die biologische Abbaubarkeit auf der Grundlage der Messungen dieses Tests liegt bei mindestens 70 % innerhalb von achtundzwanzig Tagen.

2. Methode der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.4.B (Modifizierter OECD-Screening-DOC-*Die away*-Test - Abnahme von gelöstem organischem Kohlenstoff): ohne Voradaptation. Der Grundsatz des „10-Tage-Fensters“ kommt nicht zur Anwendung. Das Zulässigkeitskriterium für die biologische Abbaubarkeit auf der Grundlage der Messungen dieses Tests liegt bei mindestens 70 % innerhalb von achtundzwanzig Tagen.

N. B.: Alle vorstehend aufgeführten Methoden aus der Richtlinie 67/548/EWG des Rates sind ebenfalls zu finden in der Veröffentlichung *Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe in der Europäischen Union*, Teil 2: „Testmethoden“. Europäische Kommission, 1997. ISBN 92-828-0076-8.

ANHANG IV

Ergänzende Risikobewertung für Tenside in Detergenzien

Für diejenigen Tenside, für die eine Umweltrisikobewertung im Rahmen der Richtlinie 93/67/EWG oder der Verordnung (EWG) Nr. 793/93 und der Verordnung (EG) Nr. 1488/94 sowie technische Leitlinien verfügbar sind, wird diese Risikobewertung gemeinsam mit der ergänzenden Risikobewertung betrachtet, die unter dieser Verordnung durchgeführt wird.

Ist die Entstehung abbauresistenter Metaboliten wahrscheinlich, so wird die unter dieser Verordnung durchgeführte ergänzende Risikobewertung in Zusammenhang mit Bewertungen auf der Grundlage der Richtlinie 93/67/EWG und der Verordnung (EWG) Nr. 793/93 betrachtet. Dies ist von Fall zu Fall und insbesondere auf der Grundlage der Ergebnisse der Prüfungen zu beurteilen, auf die in Teil 3 dieses Anhangs verwiesen wird.

Die Studie deckt das Kompartiment aquatische Umwelt ab. Zusätzliche Informationen in Bezug auf spezifische Belange der Risikobewertung können von Fall zu Fall vom Ausschuss angefordert werden. Diese zusätzlichen Informationen können sich auch auf andere Umweltkompartimente wie Klärschlamm und Boden beziehen.

Gemäß Artikel 12 Absatz 2 und Artikel 13 können die Leitlinien dieses Anhangs in Bezug auf Entscheidungen über Ausnahmeregelungen auf der Grundlage der gesammelten Erfahrungen auf geeignete Weise angepasst werden.

Die in Artikel 5 und 9 genannten technischen Unterlagen enthalten mindestens die nachstehenden Informationen:

1. **Identität des Tensids** (in Übereinstimmung mit den Bestimmungen von Anhang VII.A der Richtlinie 67/548/EWG)
 - 1.1. *Name*
 - 1.1.1. Name in der IUPAC-Nomenklatur
 - 1.1.2. andere Namen
 - 1.1.3. CAS-Nummer und CAS-Name (wenn verfügbar)
 - 1.1.4. EINECS³⁰- oder ELINCS³¹-Nummer (wenn verfügbar)
 - 1.2. *Summen- und Strukturformeln*
 - 1.3. *Zusammensetzung des Tensids*

³⁰ EINECS = European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances.

³¹ ELINCS = European List of Notified Chemical Substances.

2. **Angaben zum Tensid**

2.1. *Menge des in Detergenzien verwendeten Tensids*

2.2. Die Informationen dieses Abschnitts über die Art der Verwendung müssen für eine ungefähre, aber realistische Schätzung der Funktion und der Exposition der Umwelt gegenüber dem Tensid in Zusammenhang mit seiner Verwendung in Detergenzien ausreichen. Hierzu gehören:

- Bedeutung der Anwendung (gesellschaftliche Bedeutung);
- Verwendungsbedingungen (Freisetzungsszenario);
- Umfang der Verwendung;
- Verfügbarkeit und Eignung von Alternativen (Leistungs- und Wirtschaftlichkeitserwägungen);
- Bewertung einschlägiger Umweltinformationen.

3. **Informationen über potentiell abbauresistente Metaboliten**

Es sind Toxizitätsinformationen über Prüfflüssigkeiten bereitzustellen. Stehen keine Daten über die Identität der Rückstände zur Verfügung, können die unter Ziffer 4.2.1 weiter unten genannten Informationen angefordert werden, je nach potentiell Risiko, Bedeutung und Menge des in Detergenzien verwendeten Tensids. In strittigen Fragen in Zusammenhang mit diesen Informationen kann in Übereinstimmung mit Artikel 12 Absatz 2 eine Entscheidung getroffen werden.

4. **Zusätzliche Studien**

4.1. *Prüfung der biologischen Abbaubarkeit*

4.1.1. Voradaptiertes Inokulum

Alle in Anhang III beschriebenen Verfahren können zum Nachweis der Relevanz der Voradaptation für das jeweilige Tensid mit voradaptiertem Inokulum durchgeführt werden.

4.1.2. Tests zur möglichen Abbaubarkeit (*inherent biodegradability*)

Mindestens eines der nachstehend genannten Verfahren ist einzubeziehen:

- Verfahren nach der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.12 (modifizierter SCAS-Test);
- Verfahren nach der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.9 (Zahn-Wellens).

Das Nichtbestehen der Prüfung der möglichen Abbaubarkeit würde auf eine potentielle Persistenz hinweisen, was im Allgemeinen als ausreichend betrachtet werden kann, um das Inverkehrbringen eines derartigen Tensids zu untersagen, es sei denn, es gäbe andere gerechtfertigte Gründe für die Genehmigung einer Ausnahmeregelung gemäß Artikel 5.

4.1.3. Belebtschlamm-Simulationstest zur Prüfung der biologischen Abbaubarkeit

Nachstehende Prüfungen werden dabei einbezogen:

- Verfahren nach der Richtlinie 67/548/EWG Anhang V.C.10;

(einschließlich etwaiger Veränderungen der Betriebsbedingungen gemäß EN ISO 11733).

Das Nichtbestehen des Belebtschlamm-Simulationstests zur Prüfung der biologischen Abbaubarkeit würde auf eine potentielle Metabolitenfreisetzung durch die Abwasserbehandlung hinweisen, was im Allgemeinen als Nachweis für die Notwendigkeit einer vollständigeren Risikobewertung betrachtet werden kann.

4.2. *Prüfungen zum biologischen Abbau: Toxizitätstest an Prüfflüssigkeiten*

Es sind Toxizitätsinformationen über Prüfflüssigkeiten bereitzustellen.

4.2.1. Chemische und physikalische Informationen folgender Art:

- Identität des Metaboliten (und analytische Mittel zur Ermittlung);
- wichtigste physikochemische Eigenschaften (Wasserlöslichkeit, Oktanol-Wasser-Verteilungskoeffizient (log Ko/w usw.).

4.2.2. Wirkungen auf Organismen

Fische: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.1 der Richtlinie 67/548/EWG;

Daphnien: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.2 der Richtlinie 67/548/EWG;

Algen: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.3 der Richtlinie 67/548/EWG;

Bakterien: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.11 der Richtlinie 67/548/EWG.

4.2.3. Abbau

Biotisch: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.5 der Richtlinie 67/548/EWG;

Abiotisch: empfohlen wird das Prüfverfahren von Anhang V.C.7 der Richtlinie 67/548/EWG. Die bereitzustellenden Informationen berücksichtigen ebenfalls das Metabolisierungspotential in Bezug auf die Biokonzentration und die Verlagerung in die Sedimentphase.

Wenn zudem für manche Metaboliten eine endokrine disruptive Wirkung angenommen wird, empfiehlt es sich festzustellen, ob sie sich gegebenenfalls nachteilig auswirken, sobald validierte Protokolle zur Bewertung dieser Art von nachteiliger Auswirkung zur Verfügung stehen.

N. B.: Alle vorstehend aufgeführten Methoden aus der Richtlinie 68/548/EWG des Rates sind ebenfalls zu finden in der Veröffentlichung *Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe in der Europäischen Union* Teil 2: „Prüfmethoden“. Europäische Kommission, 1997. ISBN 92-828-0076-8.

ANHANG V
Verzeichnis der Tenside, für die eine Ausnahmeregelung genehmigt wurde

Die nachstehenden in Detergenzien verwendeten Tenside, die den Anforderungen der Prüfungen nach Anhang II genügen, denen der Prüfungen nach Anhang III jedoch nicht genügen, können im Rahmen einer Ausnahmeregelung gemäß Artikel 5 und in Übereinstimmung mit dem Verfahren nach Artikel 12 Absatz 2 dieser Verordnung in den Verkehr gebracht werden.

NAME in der IUPAC-Nomenklatur	EINECS- oder ELINCS-NUMMER	CAS-NUMMER und CAS-Name	BESCHRÄNKUNGEN

EINECS = European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances (Europäisches Verzeichnis der auf dem Markt vorhandenen chemischen Stoffe). Dieses System enthält die definitive Liste aller am 18. September 1981 bekannten auf dem Gemeinschaftsmarkt befindlichen Altstoffe.

ELINCS ist ein Verzeichnis der angemeldeten neuen Stoffe gemäß der Richtlinie 92/32/EWG des Rates vom 30. April 1992 zur siebten Änderung der Richtlinie 67/548/EWG zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe.³²

³² ABl. L 154 vom 5.6.1992, S. 1.

ANHANG VI
Verzeichnis der in Detergenzien verwendeten Tenside, die verboten oder
Beschränkungen unterworfen sind

Für nachstehende in Detergenzien verwendete Tenside hat sich ergeben, dass sie nicht mit den Bestimmungen dieser Verordnung übereinstimmen:

NAME in der IUPAC-Nomenklatur	EINECS- oder ELINCS-NUMMER	CAS-NUMMER und CAS-Name	BESCHRÄNKUNGEN

EINECS = European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances (Europäisches Verzeichnis der auf dem Markt vorhandenen chemischen Stoffe). Dieses System enthält die definitive Liste aller am 18. September 1981 bekannten auf dem Gemeinschaftsmarkt befindlichen Stoffe.

ELINCS ist das Verzeichnis der angemeldeten neuen Stoffe gemäß der Richtlinie 92/32/EWG.

ANHANG VII

Verzeichnis der in Detergenzien verwendeten Tenside, die auf der Grundlage anderer gemeinschaftlicher Rechtsakte verboten oder Beschränkungen unterworfen sind

Das nachstehende Verzeichnis enthält Tenside, die unter diese Verordnung fallen und aufgrund anderer Rechtsakte der Gemeinschaft, insbesondere Richtlinie 76/769/EWG³³, verboten sind oder Beschränkungen unterliegen.

NAME in der IUPAC-Nomenklatur	GELTENDE RECHTS-VORSCHRIFTEN	EINECS- oder ELINCS-NUMMER	CAS-NUMMER und CAS-Name	BESCHRÄNKUNGEN

EINECS = European Inventory of Existing Commercial Chemical Substances (Europäisches Verzeichnis der auf dem Markt vorhandenen chemischen Stoffe).

Dieses System enthält die definitive Liste aller am 18. September 1981 bekannten auf dem Gemeinschaftsmarkt befindlichen Stoffe.

ELINCS ist ein Verzeichnis der angemeldeten neuen Stoffe gemäß der Richtlinie 92/32/EWG.

³³ Gegebenenfalls Verweis auf die Durchführung internationaler Übereinkommen und/oder auf internationale Organisationen.

ANHANG VIII

Kennzeichnung und Datenblatt über Inhaltsstoffe

A. Kennzeichnung der Inhaltsstoffe

Wie in Artikel 11 Absatz 3 dieser Verordnung vorgeschrieben, gelten die nachstehenden Bestimmungen für die Kennzeichnung der Verpackungen von an die Allgemeinheit verkauften Detergenzien.

Die nachstehenden Gewichtsanteile in Prozent:

- unter 5 %,
- 5 % und darüber, jedoch weniger als 15 %,
- 15 % und darüber, jedoch weniger als 30 %,
- 30 % und darüber,

werden zur Angabe des Gehalts an den unten aufgeführten Bestandteilen verwendet, falls sie in Konzentrationen über 0,2 Gewichtsprozent zugefügt sind:

- Phosphate,
- Phosphonate,
- anionische Tenside,
- kationische Tenside,
- amphotere Tenside,
- nichtionische Tenside,
- Bleichmittel auf Sauerstoffbasis,
- Bleichmittel auf Chlorbasis,
- EDTA,
- NTA,
- Phenole und Halogenphenole,
- Paradichlorbenzol,
- aromatische Kohlenwasserstoffe,
- aliphatische Kohlenwasserstoffe,
- halogenierte Kohlenwasserstoffe,
- Seife,

- Zeolithe,
- Polycarboxylate.

Für andere gegebenenfalls beigefügte Bestandteile gelten weder die oben genannten Gewichtsanteile noch die Konzentrationsschwelle von 0,2 %. Die folgenden Kategorien gegebenenfalls beigefügter Bestandteile werden unabhängig von ihrer Konzentration gekennzeichnet:

- Enzyme,
- Desinfektionsmittel.

Gegebenenfalls beigefügte Konservierungsmittel sind unabhängig von ihrer Konzentration anzugeben; dabei ist wenn möglich die gemeinsame Nomenklatur gemäß Artikel 8 der Richtlinie 76/768/EWG zu verwenden.

Gegebenenfalls beigefügte Duftstoffe, die in dem Verzeichnis allergener Parfümzusatzstoffe geführt werden, das zum ersten Mal vom Wissenschaftlichen Ausschuss für kosmetische Mittel und Non-Food-Erzeugnisse (SCCNFP) in seiner Stellungnahme SCCNFP/0017/98³⁴ eingeführt wurde, werden unter Verwendung der von diesem Ausschuss eingeführten Nomenklatur unabhängig von ihrer Konzentration angegeben.

Bei Detergenzien, die ausschließlich im industriellen Sektor verwendet und nicht Angehörigen der Allgemeinheit zur Verfügung gestellt werden, brauchen die oben genannten Erfordernisse nicht erfüllt zu sein, falls die gleichwertige Information vermittels technischer Datenblätter, Sicherheitsdatenblätter oder auf eine ähnliche geeignete Weise gegeben wird.

B. Kennzeichnung in Bezug auf die Dosierung

Wie in Artikel 11 Absatz 4 dieser Verordnung vorgeschrieben, gelten die nachstehenden Bestimmungen für die Kennzeichnung der Verpackungen von an die Allgemeinheit verkauften Detergenzien. Die Verpackung von Detergenzien, die an die Allgemeinheit verkauft werden und zur Verwendung als Waschmittel bestimmt sind, tragen folgende Informationen:

- Empfohlene Mengen und/oder Dosierungsanleitung in Milliliter oder Gramm für eine normale Waschmaschinenfüllung, aufgegliedert nach Wasserhärtegraden und unter Berücksichtigung von ein oder zwei Waschgängen.
- Die Zahl der normalen Waschmaschinenfüllungen („normal“ verschmutzte Textilien), die mit dem Packungsinhalt bei mittlerem Wasserhärtegrad (2,5 mmol CaCO₃/l) gewaschen werden können.
- Falls ein Messbecher beigegeben ist, wird auch dessen Fassungsvermögen in Milliliter oder Gramm angegeben.

Gemäß der Begriffsbestimmung der Entscheidung 1999/476/EG zur Festlegung von Umweltkriterien für die Vergabe des EG-Umweltzeichens für Waschmittel ist unter normaler

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

Waschmaschinenfüllung bei Vollwaschmitteln 4,5 kg Füllmenge (Gewebe im Trockenzustand) und bei Feinwaschmitteln 2,5 kg Füllmenge (Gewebe im Trockenzustand) zu verstehen. Ein Waschmittel ist als Vollwaschmittel anzusehen, solange die Angaben des Herstellers oder Importeurs nicht in erster Linie Aspekte der Gewebepflege betonen (z. B. Niedrigtemperaturwäsche, empfindliche Fasern und Farben).

C. Datenblatt über Inhaltsstoffe

Folgende Bestimmungen gelten für das Verzeichnen von Inhaltsstoffen auf dem in Artikel 9 Absatz 3 dieser Verordnung genannten Datenblatt.

Auf dem Datenblatt sind der Name des Detergens und des Herstellers aufgeführt.

Alle Inhaltsstoffe werden verzeichnet; sie werden entsprechend ihrem Gewichtsanteil in absteigender Reihenfolge genannt; dabei wird das Verzeichnis in die nachstehenden Gewichtsanteile in Prozent eingeteilt:

- 10 % und darüber,
- 1 % und darüber, jedoch weniger als 10 %,
- 0,1 % und darüber, jedoch weniger als 1 %,
- unter 0,1 %.

Verunreinigungen zählen nicht als Inhaltsstoffe.

Für jeden Inhaltsstoff sind die chemische oder IUPAC³⁵-Bezeichnung, die CAS-Nummer und, falls verfügbar, die INCI³⁶-Bezeichnung sowie die Bezeichnung im Europäischen Arzneibuch anzugeben.

³⁵ IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemistry - Internationale Union für reine und angewandte Chemie.

³⁶ Nomenklatur für kosmetische Inhaltsstofftypen.

ANHANG IX

Prüf- und Analysemethoden

Die Mitgliedstaaten wenden folgende Prüf- und Analysemethoden zur Kontrolle der im Verkehr befindlichen Detergenzien an:

1. REFERENZMETHODE (BESTÄTIGUNGSTEST)

1.1. Definition

Gegenstand dieser Methode ist ein Labormodell einer Belebtschlammanlage + Nachklärbecken als Simulation der kommunalen Abwasserbehandlung. Die beschriebenen Bedingungen stammen aus Richtlinien, die dieser Verordnung vorausgingen. Auf diese Prüfmethode können Bedingungen nach dem neuesten Stand der Technik gemäß EN ISO 11733 angewendet werden.

1.2. Erforderliche Ausrüstung

Die Messung erfolgt unter Verwendung einer Belebtschlammanlage, die in Abbildung 1 schematisch und in Abbildung 2 ausführlicher dargestellt ist. Die Ausrüstung besteht aus einem Vorratsgefäß A für die synthetischen Abwässer, einer Dosierpumpe B, einem Belüftungsgefäß C, einem Absetzgefäß D, einer Druckluftpumpe E für den Belebtschlammrücklauf und einem Sammelgefäß F für das ablaufende behandelte Abwasser.

Die Gefäße A und F müssen aus Glas oder geeignetem Kunststoff bestehen und mindestens vierundzwanzig Liter fassen. Die Pumpe B muss einen gleichmäßigen Zufluss des synthetischen Abwassers zum Belüftungsgefäß gewährleisten; im normalen Betrieb muss dieses Gefäß drei Liter Abwasser fassen können. Im Gefäß C ist in der Spitze des konisch geformten Gefäßbodens eine Glasfilterfritte G zur Belüftung aufgehängt. Die durch die Fritte eingeblasene Luft muss mit einem Mengemessgerät H gemessen werden.

1.3. Synthetisches Abwasser

Zur Durchführung des Tests ist ein synthetisches Abwasser zu verwenden. Hierzu werden pro Liter Trinkwasser gelöst:

- 160 mg Pepton,
- 110 mg Fleischextrakt,
- 30 mg Harnstoff, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$,
- 7 mg Natriumchlorid, NaCl ,
- 4 mg Calciumchlorid, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- 2 mg Magnesiumsulfat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,
- 28 mg Dikaliumhydrogenphosphat, K_2HPO_4 ,
- und 10 ± 1 mg des Tensids.

Das synthetische Abwasser wird täglich frisch hergestellt.

1.4. Herstellung der Proben

Reine grenzflächenaktive Substanzen werden ohne Vorbehandlung getestet. Zur Herstellung des synthetischen Abwassers (1.3) muss der aktive Gehalt der Tensidproben bestimmt werden.

1.5. Betrieb der Prüfeinrichtung

Zu Beginn des Tests werden das Belüftungsgefäß C sowie das Absetzgefäß D mit synthetischem Abwasser gefüllt. Das Absetzgefäß D wird in der Höhe so fixiert, dass das Belüftungsgefäß C drei Liter aufnimmt. Die Impfung erfolgt mit 3 ml eines Kläranlagenablaufs guter Qualität, der frisch dem Ablauf einer biologischen Kläranlage für vorwiegend häusliches Abwasser entnommen wird. Die Ablaufprobe muss von der Entnahme bis zur Verwendung aerob gehalten werden. Dann sind die Luftzufuhr G, die Druckluftpumpe E und die Dosierpumpe B einzuschalten. Der Zulauf des synthetischen Abwassers in das Belüftungsgefäß C muss einen Liter je Stunde betragen, was einer durchschnittlichen Aufenthaltszeit von drei Stunden entspricht.

Die Luftzufuhr ist so einzustellen, dass der Inhalt des Belüftungsgefäßes C ständig in Suspension verbleibt und ein Mindestgehalt an gelöstem Sauerstoff von 2 mg/l aufrechterhalten wird. Schaumbildung ist durch geeignete Mittel zu verhindern. Jedoch dürfen keine Entschäumer verwendet werden, die eine hemmende Wirkung auf den Belebtschlamm ausüben oder Tenside enthalten. Die Pumpe E muss so eingestellt sein, dass stets ein gleichmäßiger Rücklauf von Belebtschlamm aus dem Absetzgefäß D zum Belüftungsgefäß C erfolgt. Der im oberen Teil des Belüftungsgefäßes C, am Boden des Absetzgefäßes D oder in der Rücklaufleitung sich ansammelnde Schlamm muss mindestens einmal täglich durch Bürsten oder durch andere geeignete Mittel in den Umlauf zurückgebracht werden. Wenn der Schlamm sich nicht absetzt, kann sein Absetz- und Eindickverhalten durch gegebenenfalls wiederholte Zugabe von je 2 ml einer 5 % igen Eisen(III)chloridlösung verbessert werden.

Das aus dem Absetzgefäß D abfließende Wasser wird in dem Sammelgefäß F während vierundzwanzig Stunden aufgefangen; nach Ablauf dieser Zeit wird nach gründlichem Durchmischen die Probe entnommen. Anschließend ist das Sammelgefäß F sorgfältig zu reinigen.

1.6. Überwachung der Messanordnung

Der Tensidgehalt des synthetischen Abwassers (in mg/l) wird unmittelbar vor dem Gebrauch bestimmt.

Der Tensidgehalt (in mg/l) des im Sammelgefäß F während vierundzwanzig Stunden aufgefangenen Ablaufs wird analytisch nach derselben Methode unmittelbar nach der Probenahme bestimmt; ist dies nicht möglich, muss die Probe konserviert werden (vorzugsweise durch Einfrieren). Die Konzentration ist auf 0,1 mg/l Tensid genau zu bestimmen.

Zur Überwachung des einwandfreien Betriebs der Messanordnung wird zweimal wöchentlich der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) oder der gelöste organische Kohlenstoff (DOC) des glasfasergefilterten Abwassers im Sammelgefäß F und des gefilterten synthetischen Abwassers im Vorratsgefäß A gemessen.

Nach Erreichen eines pro Tag nahezu gleich bleibenden biologischen Abbaus des Tensids, d. h. nach Ende der Einarbeitungszeit gemäß Abbildung 3, sollte die Verringerung des CSB oder DOC weitgehend stetig verlaufen.

Die Belebtschlamm Trockensubstanz in g/l im Belüftungsgefäß ist zweimal wöchentlich zu ermitteln. Ist er größer als 2,5 g/l, so ist der Überschuss an Belebtschlamm zu entfernen.

Der Abbaustest wird bei Raumtemperatur durchgeführt; diese sollte im Bereich zwischen 19 und 24 °C annähernd gleich bleiben.

1.7. Berechnung der biologischen Abbaubarkeit

Der biologische Abbau des Tensids in Prozenten ist täglich aus dem Tensidgehalt in mg/l des synthetischen Abwassers und des im Sammelgefäß F gesammelten Ablaufs zu errechnen.

Die errechneten Abbauwerte werden entsprechend Abbildung 3 grafisch dargestellt.

Für die Errechnung der biologischen Abbauwerte des Tensids ist das arithmetische Mittel aus den Abbauwerten zu bilden, die nach dem Ende der Einarbeitungs- und Akklimatisierungszeit an einundzwanzig aufeinander folgenden Tagen bei gleich bleibendem Abbau in störungsfreiem Betrieb ermittelt wurden. In keinem Fall soll die Einarbeitungszeit länger als sechs Wochen dauern.

Die täglichen biologischen Abbauwerte werden bis auf 0,1 % genau berechnet; das Endergebnis ist jedoch auf ganze Zahlen auf- bzw. abzurunden.

In manchen Fällen kann die Häufigkeit der Bestimmungen beschränkt werden, jedoch sind zur Ermittlung des Mittelwerts die Ergebnisse von wenigstens vierzehn Tagesprobenahmen zugrunde zu legen, die auf den auf die Einarbeitungszeit folgenden Zeitraum von einundzwanzig Tagen zu verteilen sind.

2. BESTIMMUNG ANIONISCHER TENSIDE IN PRÜFUNGEN ZUR BIOLOGISCHEN ABBAUBARKEIT

2.1. Grundsatz

Das Verfahren beruht auf der Tatsache, dass der kationische Farbstoff Methylenblau mit anionischen Tensiden [MBAS³⁷] blaue Salze bildet, die mit Chloroform extrahiert werden können. Zur Vermeidung von Störungen erfolgt die Extraktion zuerst aus alkalischer Lösung; sodann wird der Extrakt mit saurer Methylenblaulösung geschüttelt. Die Extinktion der abgetrennten organischen Phase wird fotometrisch im Absorptionsmaximum bei einer Wellenlänge von 650 nm gemessen.

2.2. Chemikalien und Geräte

2.2.1. Pufferlösung pH 10

24 g Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3) p.a. und 27 g wasserfreies Natriumcarbonat (Na_2CO_3) p.a. in entsalztem Wasser lösen und auf 1 000 ml verdünnen.

³⁷ MBAS: methylenblauaktive Substanzen.

2.2.2. *Neutrale Methylenblaulösung*

0,35 g Methylenblau p.a. in entsalztem Wasser lösen und auf 1 000 ml verdünnen. Diese Lösung mindestens vierundzwanzig Stunden vor Gebrauch zubereiten. Die Extinktion der Chloroformphase der Blindprobe darf gegenüber reinem Chloroform bei 650 nm 0,015 je cm Schichtdicke nicht übersteigen.

2.2.3. *Saure Methylenblaulösung*

0,35 g Methylenblaulösung p.a. in 500 ml entsalztem Wasser auflösen und mit 6,5 ml H_2SO_4 ($d = 1,84 \text{ g/ml}$) mischen. Mit entsalztem Wasser auf 1 000 ml verdünnen. Diese Lösung mindestens vierundzwanzig Stunden vor Gebrauch zubereiten. Die Extinktion der Chloroformphase der Blindprobe darf gegenüber reinem Chloroform bei 650 nm 0,015 je cm Schichtdicke nicht übersteigen.

2.2.4. *Chloroform (Trichlormethan) p.a. (frisch destilliert)*

2.2.5. *Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester*

2.2.6. *Kaliumhydroxidlösung in Ethanol (KOH 0,1 M)*

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

2.2.8. *0,5 M Schwefelsäure, H_2SO_4*

2.2.9. *Phenolphthaleinlösung*

1 g Phenolphthalein in 50 ml Ethanol und 50 ml entsalztem Wasser unter Umrühren lösen. Jedweden Niederschlag abfiltrieren.

2.2.10. *Salzsäure in Methanol (250 ml konzentrierte Salzsäure p.a. und 750 ml Methanol)*

2.2.11. *Scheidetrichter, 250 ml*

2.2.12. *Messkolben, 50 ml*

2.2.13. *Messkolben, 500 ml*

2.2.14. *Messkolben, 1 000 ml*

2.2.15. *Rundkolben mit Schliff und Rückflusskühler, 250 ml; "Siedeperlen"*

2.2.16. *pH-Meter*

2.2.17. *Fotometer für Messungen bei 650 nm mit 1- bis 5-cm-Küvetten*

2.2.18. *Grobporiges Filterpapier*

2.3. **Verfahren**

Die Analyseproben dürfen nicht durch eine Schaumschicht entnommen werden.

Nach eingehender Reinigung mit Wasser sind die Analysegeräte vor Verwendung mit Methanol-Salzsäure (2.2.10) und anschließend mit entsalztem Wasser gut zu spülen.

Proben des zu prüfenden Zu- und Abflusses der Belebtschlammanlage bei der Probeentnahme sofort filtrieren. Die ersten 100 ml des Filtrats werden verworfen.

Eine abgemessene Probemenge, gegebenenfalls nach Neutralisierung, in einen 250-ml-Scheidetrichter (2.2.11) geben. Die Probemenge sollte 20 bis 150 µg MBAS enthalten. Bei niedrigerem MBAS-Gehalt können bis zu 100 ml Probe benutzt werden. Werden weniger als 100 ml verwendet, so ist mit entsalztem Wasser auf 100 ml zu verdünnen. 10 ml Pufferlösung (2.2.1), 5 ml neutrale Methylenblaulösung (2.2.2) und 15 ml Chloroform (2.2.4) zur Probe hinzufügen. Gemisch eine Minute gleichmäßig und nicht zu stark schütteln. Nach Phasentrennung Chloroformschicht in einen zweiten Trenntrichter mit 110 ml entsalztem Wasser und 5 ml saurer Methylenblaulösung (2.2.3) geben. Gemisch eine Minute schütteln. Chloroformschicht durch einen vorher mit Alkohol gewaschenen und mit Chloroform benetzten Wattefilter in einen Messkolben geben (2.2.12).

Alkalische und saure Lösungen dreimal extrahieren, wobei bei der zweiten und dritten Extraktion je 10 ml Chloroform zu verwenden sind. Kombinierte Chloroformextrakte durch denselben Wattefilter filtrieren und bis zur Marke des 50-ml-Kolbens (2.2.12) mit dem zum Nachwaschen der Watte benutzten Chloroform verdünnen. Extinktion der Chloroformlösung gegenüber Chloroform bei 650 nm in 1- bis 5-cm-Küvetten messen. Das ganze Verfahren mit einem Blindversuch durchführen.

2.4. Eichkurve

Aus der Standardsubstanz Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester (Tetrapropylen-Typ, MG 340) nach Verseifung in Kaliumhydroxid eine Eichlösung herstellen. Die MBAS wird als Natriumdodecylbenzolsulfonat (MG 348) berechnet.

400 bis 450 mg Dodecylbenzolsulfonsäuremethylester (2.2.5) auf 0,1 mg genau in einen Rundkolben einwiegen und 50 ml Ethanol-Kaliumhydroxidlösung (2.2.6) und einige Siedeperlen hinzugeben. Rückflusskühler anbringen und eine Stunde lang kochen. Nach Abkühlung Kühler und Schliff mit 30 ml Ethanol waschen und die hierzu verwendete Flüssigkeit zum Kolbeninhalt hinzugeben. Lösung mit Schwefelsäure gegenüber Phenolphthalein bis zur Farblosigkeit titrieren. Diese Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben (2.2.14) übergießen, bis zur Marke mit entsalztem Wasser nachfüllen und mischen.

Ein Teil dieser Tensid-Stammlösung ist sodann weiter zu verdünnen. 25 ml entnehmen, in einen 500-ml-Messkolben (2.2.13) geben, mit entsalztem Wasser bis zur Marke nachfüllen und mischen.

Diese Standardlösung enthält:

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

wobei E das Gewicht der Probe in mg bedeutet.

Zur Festlegung der Eichkurve sind je 1, 2, 4, 6 und 8 ml Standardlösung zu entnehmen und mit entsalztem Wasser auf jeweils 100 ml zu verdünnen. Anschließend wie in 2.3 beschrieben (einschließlich des Blindtests) verfahren.

2.5. Berechnung der Ergebnisse

Der Gehalt an anionischen Tensiden in Form von MBAS in der Probe wird aus der Eichkurve (2.4) abgelesen. Der MBAS-Gehalt der Probe ergibt sich aus:

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

wobei V = ml Volumen der benutzten Probe bedeutet.

Die Ergebnisse sind als Natriumdodecylbenzolsulfonat (MG 348) anzugeben.

2.6. Angaben der Ergebnisse

Die Ergebnisse sind in mg/l MBAS auf 0,1 genau anzugeben.

3. PRÜFUNGEN ZUR BIOLOGISCHEN ABBAUBARKEIT: BESTIMMUNG NICHTIONISCHER TENSIDE IN PRÜFFLÜSSIGKEITEN

3.1 Grundsatz

Grenzflächenaktive Substanzen werden konzentriert und durch Ausblasen abgetrennt. In der eingesetzten Probemenge sollte der Gehalt an nichtionischen Tensiden im Bereich zwischen 250 und 800 µg liegen.

Das abgetrennte Tensid wird in Ethylacetat gelöst.

Nach Phasentrennung und Eindampfen des Lösungsmittels werden die nichtionischen Tenside in wässriger Lösung mit modifiziertem Dragendorffschen Reagens ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{Essigsäure}$) gefällt.

Der Niederschlag wird abfiltriert, mit Essigsäure gewaschen und in Ammoniumtartratlösung gelöst. Das in Lösung befindliche Bismut wird bei pH 4-5 mit Pyrrolidindithiocarbamatlösung unter Verwendung einer blanken Platinindikatorelektrode und einer Kalomel- oder Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode potenziometrisch titriert. Die Methode ist auf nichtionische Tenside mit 6-30 Alkylendioxygruppen anwendbar.

Das Titrationsergebnis wird mit dem empirischen Eichfaktor 54 zur Umrechnung auf die Bezugssubstanz Nonylphenol mit 10 Molen Ethylenoxid (NP 10) multipliziert.

3.2. Chemikalien und Geräte

Alle wässrigen Lösungen sind mit entsalztem Wasser herzustellen.

3.2.1. *Reines Ethylacetat, frisch destilliert*

3.2.2. *Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3) p.a.*

3.2.3. *Verdünnte Salzsäure (HCl) [20 ml konzentrierte Salzsäure p.a., mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen]*

3.2.4. *Methanol p.a., frisch destilliert, in Glasflaschen aufzubewahren*

3.2.5. *Bromkresolpurpur, 0,1 g in 100 ml Methanol*

3.2.6. *Fällungsreagenz : Das Fällungsreagenz ist eine Mischung von 2 Volumenteilen der Lösung A und 1 Volumenteil der Lösung B. Die Mischung ist in einer braunen Flasche aufzubewahren und bis zu einer Woche haltbar.*

3.2.6.1. Lösung A

1,7 g Bismut(III)nitrat p.a. ($\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) werden in 20 ml Essigsäure gelöst und mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Dann werden 65 g Kaliumiodid p.a. in 200 ml Wasser gelöst. Diese beiden Lösungen werden in einem 1 000-ml-Messkolben gemischt, 200 ml Essigsäure (3.2.7) hinzugefügt und mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

3.2.6.2. Lösung B

290 g Bariumchlorid ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) p.a. werden in 1 000 ml Wasser gelöst.

3.2.7. *Essigsäure, 99-100 % ig (Essigsäure geringerer Konzentration ist ungeeignet).*

3.2.8. *Ammoniumtartratlösung : 12,4 g Weinsäure p.a. und 12,4 ml Ammoniaklösung p.a. ($d = 0,91 \text{ g/ml}$) werden gemischt und mit Wasser auf 1 000 ml aufgefüllt (oder eine gleiche Menge von Ammoniumtartrat p.a. verwenden).*

3.2.9. *Ammoniaklösung : 40 ml Ammoniaklösung p.a. ($d = 0,91 \text{ g/ml}$) werden mit 1 000 ml Wasser verdünnt.*

3.2.10. *Standardacetatpufferlösung : 40 g Natriumhydroxid p.a. werden in ein Becherglas gegeben, mit etwa 500 ml Wasser gelöst und abgekühlt. Dann werden 120 ml Essigsäure (3.2.7) zugefügt. Nach gründlichem Mischen und Abkühlen wird die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben umgefüllt. Man füllt mit Wasser bis zur Marke auf.*

3.2.11. *Pyrrolidindithiocarbamatlösung (nachstehend "Carbatlösung" genannt) : Man löst 103 mg Pyrrolidindithiocarbonsäure-Natriumsalz ($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in etwa 500 ml Wasser gibt 10 ml n-Amylalkohol p.a. und 0,5 g Natriumhydrogencarbonat p.a. (NaHCO_3) hinzu und füllt mit Wasser auf 1 000 ml auf.*

3.2.12. *Kupfersulfatlösung (für die Eichung der Lösung 3.2.11).*

STAMMLÖSUNG

1 249 g Kupfersulfat p.a. ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) werden mit 50 ml 0,5 M Schwefelsäure gemischt und zu 1 000 ml mit Wasser aufgefüllt.

STANDARDLÖSUNG

50 ml der Stammlösung und 10 ml 0,5 M H_2SO_4 werden gemischt und mit Wasser zu 1 000 ml aufgefüllt.

3.2.13. *Natriumchlorid p.a.*

3.2.14. *Tensid-Ausblasegerät (siehe Abbildung 5)*

Die Durchmesser von Glasfilterfritte und Zylinder müssen gleich groß sein.

3.2.15. *Trenntrichter, 250 ml*

3.2.16. *Magnetrührwerk mit Magnetstab 25-30 mm*

3.2.17. *Goochtiegel, Durchmesser des perforierten Bodens 25 mm, Typ G4*

3.2.18. *Rundfilter aus Glasfaserpapier, Durchmesser 27 mm, Faserdurchmesser 0,3-1,5 μm .*

3.2.19. *Zwei Saugflaschen mit Vorstoß und Gummimanschette, Inhalt je 250 und 500 ml.*

3.2.20. *Registrierendes Potenziometer mit einer blanken Platinindikatorelektrode und einer Kalomel- oder Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode, Messbereich 250 mV, mit automatischer Bürette von 20-25 ml Inhalt oder alternativ eine entsprechende manuelle Einrichtung.*

3.3. Methode

3.3.1. Anreicherung und Isolierung der grenzflächenaktiven Substanzen

Die wässrige Probe wird durch ein grobporiges Filter filtriert. Die ersten 100 ml des Filtrats werden verworfen.

In das zuvor mit Ethylacetat durchgespülte Ausblasegerät wird eine abgemessene Probemenge gegeben, die zu 250 bis 800 μg nichtionische Tenside enthalten soll.

Zur Verbesserung des Trenneffekts werden 100 g Natriumchlorid und 5 g Natriumhydrogencarbonat hinzugegeben.

Überschreitet das Probenvolumen 500 ml, so werden diese Salze in fester Form in das Ausblasegerät gegeben und unter Durchleiten von Stickstoff oder Luft gelöst.

Kommt ein geringeres Probenvolumen zur Anwendung, werden diese Salze in etwa 400 ml Wasser gelöst und dann zugegeben.

In jedem Fall wird mit Wasser bis zum oberen Ablasshahn aufgefüllt.

Über die wässrige Phase werden vorsichtig 100 ml Ethylacetat aufgegeben.

Die Waschflasche in der Gasstromzuleitung (Stickstoff oder Luft) wird zu etwa zwei Drittel mit Ethylacetat gefüllt.

Man leitet einen Gasstrom von 30 bis 60 l je Stunde durch die Apparatur; die Verwendung eines Strömungsmessers ist zu empfehlen. Der Gasdurchsatz wird anfangs schrittweise erhöht. Die Gasmenge muss so bemessen sein, dass die Phasen erkennbar getrennt bleiben und eine Vermischung der Phasen und ein Inlösungsgehen des Ethylacetats möglichst vermieden wird. Nach fünf Minuten wird der Gasstrom abgestellt.

Ist das Volumen der organischen Phase durch Lösen in Wasser um mehr als 20 % vermindert worden, so ist der Arbeitsgang unter Verringerung des Gasdurchsatzes zu wiederholen.

Die organische Phase wird in einen Scheidetrichter abgelassen. Die im Scheidetrichter etwa abgesetzte wässrige Phase - es sollen nur wenige ml sein - wird in das Ausblasegerät zurückgegeben. Die Ethylacetat-Phase wird durch ein trockenes, grobporiges Filterpapier in ein 250-ml-Becherglas filtriert.

Man gibt erneut 100 ml Ethylacetat in das Ausblasegerät und leitet weitere fünf Minuten lang Stickstoff oder Luft hindurch. Die organische Phase wird in den bereits bei der ersten Abtrennung benutzten Scheidetrichter abgelassen. Die wässrige Phase wird verworfen und die organische Phase über das gleiche Filter gegeben. Scheidetrichter und Filter werden mit 20 ml Ethylacetat nachgespült.

Der Ethylacetat-Extrakt wird unter Verwendung eines Wasserbads unter dem Abzug zur Trockne eingedampft. Zur Beschleunigung der Verdunstung wird auf die Oberfläche der Lösung ein leichter Luftstrom gerichtet.

3.3.2. Fällen und Filtrieren

Der nach 3.3.1 erhaltene Trockenrückstand wird in 5 ml Methanol gelöst, dann werden 40 ml Wasser und 0,5 ml verdünnte Salzsäure (3.2.3) hinzugegeben und die Lösung mit einem Magnetrührer durchgerührt.

In diese Lösung gibt man aus einem Messzylinder 30 ml Fällungsreagenz (3.2.6) hinzu. Der Niederschlag bildet sich bei fortgesetztem Rühren. Nach zehn Minuten bricht man das Rühren ab und lässt mindestens fünf Minuten stehen.

Danach filtriert man durch einen Gooch-Tiegel, dessen Boden mit einem Glasfaser-Filterpapier belegt ist. Das Filter wird zuvor mit etwa 2 ml Essigsäure angefeuchtet und angesaugt. Becherglas, Magnetstab und Tiegel werden gründlich mit Essigsäure nachgewaschen, wozu etwa 40 bis 50 ml notwendig sind. Es ist nicht erforderlich, den am Becherglas fest anhaftenden Niederschlag quantitativ auf das Filter zu bringen, da die Lösung des Niederschlags vor der Filtration wieder in das Fällungs-Becherglas gegeben und der verbleibende Niederschlag dann gelöst wird.

3.3.3. Lösen des Niederschlags

Der Niederschlag wird durch Zugabe von heißer Ammoniumtartratlösung (etwa 80 °C) (3.2.8) in drei Portionen von je 10 ml gelöst. Jede Portion wird einige Minuten im Filter stehen gelassen, bevor sie durch das Filter in die Flasche abgesaugt wird.

Der Inhalt der Saugflasche wird in das Fällungs-Becherglas gegeben. Dann lässt man weitere 20 ml Ammoniumtartratlösung die Wandungen des Fällungsglases hinablaufen, um alle Reste des Niederschlags zu lösen.

Filtertiegel, Vorstoß und Saugflasche werden gründlich mit 150 bis 200 ml Wasser gewaschen und dieses Wasser in das Fällungs-Becherglas gegeben.

3.3.4 Titration

Man rührt die Lösung mit dem Magnetrührwerk (3.2.16), setzt einige Tropfen Bromkresolpurpurlösung (3.2.5) zu und stellt mit der verdünnten Ammoniaklösung (3.2.9) auf Farbumschlag nach violett ein (die Lösung ist durch Essigsäurereste, die vom Nachwaschen herrühren, zu Beginn schwach sauer).

Dann gibt man 10 ml Standardacetatpufferlösung (3.2.10) hinzu, führt die Elektroden in die Lösung ein und titriert mit eingetauchter Bürettenspitze potenziometrisch mit der Carbatlösung (3.2.11).

Die Titrationsgeschwindigkeit soll 2 ml/min nicht überschreiten.

Als Endpunkt gilt der Schnittpunkt der Tangenten, die man an die beiden Äste der Potenzialkurve legt. Eine gelegentlich zu beobachtende Verflachung des Potenzialsprungs lässt sich durch Reinigen der Platin-Elektrode (durch Schleifen mit Schmirgelpapier) beheben.

3.3.5. *Blindversuch*

Parallel zu den eigentlichen Bestimmungen läuft ein Blindversuch mit, bei dem 5 ml Methanol und 40 ml Wasser eingesetzt und nach 3.3.2 weiterverarbeitet werden. Der Verbrauch im Blindversuch sollte unter 1 ml Messlösung liegen, andernfalls bestehen Zweifel über die Reinheit der Reagenzien (3.2.3 - 3.2.7 - 3.2.8 - 3.2.9 - 3.2.10), insbesondere durch ihren Gehalt an Schwermetallen; in diesem Fall sind die Reagenzien neu anzusetzen und die Bestimmungen zu wiederholen. Das Ergebnis des Blindversuchs ist bei der Berechnung zu berücksichtigen.

3.3.6. *Kontrolle des Faktors der Carbatlösung*

Der Faktor der Carbatlösung wird bei Verwendung täglich bestimmt. Hierzu werden 10 ml der Kupfersulfat-Eichlösung (3.2.12) mit Carbatlösung nach Zugabe von 100 ml Wasser und 10 ml Standardacetatpuffer (3.2.10) titriert. Beträgt die verbrauchte Menge "a" ml, so errechnet sich der Faktor "f" wie folgt:

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

mit diesem Faktor sind die Titrationsergebnisse zu multiplizieren.

3.4. **Berechnung der Ergebnisse**

Jedes nichtionische Tensid hat einen von seiner Zusammensetzung, insbesondere von der Länge seiner Alkenoxidentkette abhängigen Eichfaktor. Die Konzentrationen an nichtionischen Tensiden werden im Verhältnis zu einer Referenzsubstanz ausgedrückt : diese ist ein Nonylphenol mit zehn Ethylenoxid-Einheiten (NP 10); der Umrechnungsfaktor hierfür ist gleich 0,054.

Die Menge des in der Probe vorhandenen Tensids lässt sich mit Hilfe dieses Faktors wie folgt berechnen (ausgedrückt in mg des NP-10-Äquivalents):

$$(b - c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg nichtionische Tenside als NP 10;}$$

wobei

b = den Verbrauch an Carbatlösung der Probe in ml,

c = den Verbrauch an Carbatlösung des Blindversuchs in ml,

f = den Faktor der Carbatlösung bedeutet.

3.5 **Angaben der Ergebnisse**

Die Ergebnisse sind in mg/l als NP 10 auf 0,1 genau anzugeben.

4. VORBEHANDLUNG DER ZU PRÜFENDEN ANIONISCHEN TENSIDE

4.1. Vorbemerkungen

4.1.1. Behandlung der Proben

In Bezug auf die Behandlung von anionischen grenzflächenaktiven Stoffen und von Wasch- und Reinigungsmitteln zur Bestimmung der biologischen Primärabbaubarkeit durch den Bestätigungstest ist wie folgt zu verfahren:

ERZEUGNISSE	BEHANDLUNG
Anionische Tenside	keine
Wasch- und Reinigungsmittel	alkoholische Extraktion, danach Isolierung der anionischen Tenside durch Ionenaustausch

Zweck der Extraktion ist die Entfernung unlöslicher und anorganischer Bestandteile des kommerziellen Produkts, die den Test der biologischen Abbaubarkeit stören könnten.

4.1.2. Verfahren des Ionenaustauschs

Zur korrekten Durchführung des Tests der biologischen Abbaubarkeit ist die Isolierung und Abtrennung der anionischen Tenside von Seife, nichtionischen und kationischen Tensiden erforderlich.

Dieses Ergebnis wird durch ein Ionenaustauscherverfahren mittels eines makroporösen Anionenaustauscherharzes und geeigneter Elutionsmittel für fraktionierte Elution erzielt. Auf diese Weise werden Seife, anionische und nichtionische Tenside in einem einzigen Arbeitsgang isoliert.

4.1.3. Analytische Kontrolle

Der Gehalt an anionischen Tensiden in dem Wasch- und Reinigungsmittel wird nach Homogenisieren nach dem MBAS-Analysenverfahren bestimmt. Der Seifengehalt wird mittels einer geeigneten Analysenmethode bestimmt. Diese Analyse des Produkts ist zur Berechnung der Mengen erforderlich, die zur Herstellung der Fraktionen für den Test der biologischen Abbaubarkeit erforderlich sind.

Eine quantitative Extraktion ist nicht erforderlich; doch sollten mindestens 80 % der anionischen Tenside extrahiert werden. In der Regel werden 90 % und mehr erhalten.

4.2. Grundsatz

Aus der homogenen Probe (Pulver, Pasten und vorher getrocknete Flüssigkeiten) wird ein Ethanolextrakt gewonnen, der die Tenside, die Seife und andere alkohollösliche Bestandteile der Wasch- und Reinigungsmittel-Probe enthält.

Der Ethanolextrakt wird zur Trockne verdampft, in Isopropanol-Wasser-Gemisch gelöst und diese Lösung durch eine auf 50 °C erhitzte Austauscherkombination aus stark saurem Kationenaustauscher und makroporösem Anionenaustauscher gegeben. Diese Temperatur ist erforderlich, um die Fällung von Fettsäuren in sauren Medien zu vermeiden.

Die nichtionischen Tenside verbleiben im Filtrat.

Die Seifen-Fettsäuren werden durch Elution mit CO₂-haltigem Ethanol abgetrennt. Die anionischen Tenside werden sodann durch Elution mit einer wässrigen Ammoniumhydrogencarbonat-Isopropanollösung als Ammoniumsalze erhalten. Diese Ammoniumsalze werden für den Abbaubarkeitstest verwendet.

Kationische Tenside, die den Abbaubarkeitstest und das Analysenverfahren stören könnten, werden durch den über dem Anionenaustauscher eingesetzten Kationenaustauscher eliminiert.

4.3. Chemikalien und Geräte

4.3.1. *Entsalztes Wasser*

4.3.2. *Ethanol, 95 Vol.-% C₂H₅OH (zulässig als Vergällungsmittel: Methylethylketon oder Methanol)*

4.3.3. *Isopropanol-Wasser-Gemisch (50/50 v/v):*

– 50 Volumenteile Isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, und

– 50 Volumenteile Wasser (4.3.1)

4.3.4. *CO₂-Lösung in Ethanol (rund 0,1 % CO₂); man verwende ein Überführungsrohr mit eingebauter Fritte und lasse das CO₂ zehn Minuten lang durch das Ethanol (4.3.2) strömen. Nur frisch angesetzte Lösungen verwenden.*

4.3.5. *Ammoniumhydrogencarbonatlösung (60/40 v/v): 0,3 Mol NH₄HCO₃ in 1 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch aus 60 Volumenteilen Isopropanol und 40 Volumenteilen Wasser (4.3.1)*

4.3.6. *Kationenaustauscher (KAT), stark sauer, alkoholfest, (50-100 mesh)*

4.3.7. *Anionenaustauscher (AAT), makroporös, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) oder gleichwertig*

4.3.8. *Salzsäure, 10 Gew.-% HCl*

4.3.9. *Rundkolben mit konischem Schliff und Rückflusskühler, Inhalt 2 000 ml*

4.3.10. *Nutsche (heizbar) für Papierfilter, Durchmesser 90 mm*

4.3.11. *Saugflasche, 2 000 ml*

4.3.12. *Austauschersäule mit Heizmantel und Hahn : Durchmesser des Innenrohres 60 mm, Höhe 450 mm (Abbildung 4)*

4.3.13. *Wasserbad*

4.3.14. *Vakuumtrockenschrank*

4.3.15. *Thermostat*

4.3.16. *Rotationsverdampfer*

4.4. Herstellung des Extrakts und Abtrennung der anionischen Tenside

4.4.1. Herstellung des Extrakts

Für den Abbaubarkeitstest sind etwa 50 g MBAS als Tensid erforderlich.

Normalerweise werden nicht mehr als 1 000 g Produkt zur Extraktion eingesetzt, doch kann die Extraktion größerer Problemengenen notwendig sein. Aus praktischen Gründen liegt die Höchstgrenze bei der Herstellung der Extrakte für den Abbaubarkeitstest in den meisten Fällen bei 5 000 g.

Erfahrungsgemäß ist die chargenweise Gewinnung der Extrakte arbeitstechnisch vorteilhafter als eine einmalige Extraktion einer größeren Menge. Die vorgeschriebenen Austauschermengen entsprechen einer Arbeitskapazität von 600 bis 700 mMol Tensiden und Seife.

4.4.2. Abtrennung der alkohollöslichen Bestandteile

Nach Eintragen von 250 g des zu untersuchenden Wasch- und Reinigungsmittels in 1 250 ml Ethanol wird das Gemisch eine Stunde unter Rühren und Rückfluss zum Sieden erhitzt. Die heiße alkoholische Lösung wird über eine auf 50 °C aufgeheizte Nutsche mit einem grobporigen Filter gegeben und rasch abgesaugt. Anschließend spült man Kolben und Nutsche mit rund 200 ml heißem Ethanol nach. Filtrat und Spülalkohol werden in einer leeren Saugflasche aufgefangen.

Bei pastösen und flüssigen Produkten wägt man so viel ein, dass nicht mehr als 55 g anionisches Tensid und 35 g Seife vorliegen. Diese Einwaage wird zur Trockne gebracht. Der Rückstand wird in 2 000 ml Ethanol gelöst; dann wird wie vorstehend beschrieben verfahren.

Hat ein pulverförmiges Wasch- und Reinigungsmittel eine deutlich geringere Schüttdichte (< 300 g/l), ist es empfehlenswert, den Ethanolanteil auf ein Verhältnis von 20:1 zu erhöhen. Das ethanolische Filtrat wird - vorzugsweise mittels eines Rotationsverdampfers - zur Trockne eingedampft. Wird eine größere Extraktmenge benötigt, so wird das Verfahren wiederholt. Der Rückstand wird in 5 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch gelöst.

4.4.3. Vorbereitung der Ionenaustauschersäulen

KATIONENAUSTAUSCHERSÄULE

600 ml KAT (4.3.6) werden in ein 3 000-ml-Becherglas gegeben und darin mit 2 000 ml Salzsäure (4.3.8) übergossen. Man lässt mindestens zwei Stunden unter gelegentlichem Umrühren stehen, sodann dekantiert man die Säure und spült den KAT mit entsalztem Wasser in die Säule (4.3.12) ein, in die man zuvor einen Glaswollebausch eingelegt hat. Die Säule wird mit entsalztem Wasser bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min bis zur Chloridfreiheit gewaschen. Anschließend verdrängt man das Wasser mit 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (4.3.3), ebenfalls bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min. Damit ist die KAT-Säule betriebsbereit.

ANIONENAUSTAUSCHERSÄULE

600 ml AAT (4.3.7) werden in ein 3 000-ml-Becherglas gegeben und darin mit 2 000 ml entsalztem Wasser vollständig übergossen. Dann lässt man den Austauscher mindestens zwei

Stunden lang quellen. Daraufhin spült man den KAT mit entsalztem Wasser in die Säule ein, in die man zuvor einen Glaswollebausch eingelegt hat.

Die Säule wird mit 0,3 M Ammoniumhydrogencarbonatlösung (4.3.5) bis zur Chloridfreiheit gewaschen. Hierzu werden etwa 5 000 ml Lösung benötigt. Dann wird noch einmal mit 2 000 ml entsalztem Wasser gewaschen. Anschließend verdrängt man das Wasser mit 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (4.3.3), ebenfalls bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min. Die AAT-Säule befindet sich nun in der OH-Form und ist betriebsbereit.

4.4.4. Verfahren des Ionenaustauschs

Man verbindet beide Austauschersäulen derart miteinander, dass sich die KAT-Säule vor der AAT-Säule befindet. Unter Verwendung eines Thermostaten werden die Austauschersäulen auf 50 °C aufgeheizt. Dann werden 5 000 ml der nach 4.4.2 erhaltenen Lösung auf 60 °C erwärmt und die heiße Lösung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von 20 ml/min durch die Säulenkombination gegeben. Anschließend wäscht man mit 1 000 ml des heißen Isopropanol-Wasser-Gemisches (4.3.3) die Säulen nach.

Zur Gewinnung der anionischen Tenside (MBAS) wird die Kationensäule abgetrennt. Mit 5 000 ml Ethanol/CO₂-Lösung bei 50 °C (4.3.4) Seifenfettsäuren aus der KAT-Säule eluieren. Eluat verwerfen.

Anschließend wird die MBAS mit 5 000 ml Ammoniumhydrogencarbonatlösung (4.3.5) aus der AAT-Säule herauseluert und das Eluat im Dampfbad oder Rotationsverdampfer getrocknet. Der Rückstand enthält die MBAS (als Ammoniumsalz) und möglicherweise nichttensidische anionische Stoffe, die den Test der biologischen Abbaubarkeit nicht beeinträchtigen. Bis zu einem bestimmten Volumen entsalztes Wasser zum Rückstand hinzufügen und den MBAS-Gehalt in einem Aliquot bestimmen. Die Lösung wird als Standardlösung des anionischen Tensids für den Test der biologischen Abbaubarkeit verwendet. Sie ist bei einer Temperatur unter 5 °C aufzubewahren.

4.4.5. Regenerierung der verwendeten Austauscher

Der Kationenaustauscher wird nach Gebrauch verworfen.

Durch weitere Zugabe von Ammoniumhydrogencarbonatlösung (4.3.5) durch die Säule bei einer Durchflussgeschwindigkeit von etwa 10 ml/min, bis das Eluat von anionischen Tensiden frei ist (Methylenblau-Test), wird der Anionenaustauscher regeneriert. Anschließend werden noch 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (4.3.3) durch den Anionenaustauscher gegeben. Danach ist der Anionenaustauscher wieder einsatzbereit.

5. VORBEHANDLUNG DER ZU PRÜFENDEN NICHTIONISCHEN TENSIDE

5.1. Vorbemerkungen

5.1.1 Behandlung der Proben

In Bezug auf die Behandlung von nichtionischen grenzflächenaktiven Stoffen und von Wasch- und Reinigungsmitteln zur Bestimmung der biologischen Primärabbaubarkeit durch den Bestätigungstest ist wie folgt zu verfahren:

ERZEUGNISSE	BEHANDLUNG
Nichtionische Tenside,	keine
Wasch- und Reinigungsmittel	alkoholische Extraktion, danach Isolierung der nichtionischen Tenside durch Ionenaustausch

Zweck der Extraktion ist die Entfernung unlöslicher und anorganischer Bestandteile des kommerziellen Produkts, die den Test der biologischen Abbaubarkeit stören könnten.

5.1.2. Verfahren des Ionenaustauschs

Zur korrekten Durchführung des Tests der biologischen Abbaubarkeit ist die Isolierung und Abtrennung der nichtionischen Tenside von Seife, anionischen und kationischen Tensiden erforderlich.

Dieses Ergebnis wird durch ein Ionenaustauscherverfahren mittels eines makroporösen Anionenaustauscherharzes und geeigneter Elutionsmittel für fraktionierte Elution erzielt. Auf diese Weise werden Seife, anionische und nichtionische Tenside in einem einzigen Arbeitsgang isoliert.

5.1.3. Analytische Kontrolle

Die Konzentration an anionischen und nichtionischen Tensiden in dem Wasch- und Reinigungsmittel wird nach Homogenisieren nach den MBAS- und BiAS-Analysenverfahren bestimmt. Der Seifengehalt wird mittels einer geeigneten Analysenmethode bestimmt.

Diese Analyse des Produkts ist zur Berechnung der Mengen erforderlich, die zur Herstellung der Fraktionen für den Test der biologischen Abbaubarkeit erforderlich sind.

Eine quantitative Extraktion ist nicht erforderlich; doch sollten mindestens 80 % der nichtionischen Tenside extrahiert werden. In der Regel werden 90 % und mehr erhalten.

5.2. Grundsatz

Aus der homogenen Probe (Pulver, Paste und vorher getrocknete Flüssigkeiten) wird ein Ethanolextrakt gewonnen, der die Tenside, die Seife und andere alkohollösliche Bestandteile der Wasch- und Reinigungsmittel-Probe enthält.

Der Ethanolextrakt wird zur Trockne verdampft, in Isopropanol-Wasser-Gemisch gelöst und diese Lösung durch eine auf 50 °C erhitzte Austauscherkombination aus stark saurem Kationenaustauscher und makroporösem Anionenaustauscher gegeben. Diese Temperatur ist

erforderlich, um die Fällung von Fettsäuren in sauren Medien zu vermeiden. Nach Eindampfen des Ablaufs erhält man die nichtionischen Tenside.

Kationische Tenside, die den Abbaubarkeitstest und das Analysenverfahren stören könnten, werden durch den über dem Anionenaustauscher eingesetzten Kationenaustauscher eliminiert.

5.3. Chemikalien und Geräte

5.3.1. *Entsalztes Wasser*

5.3.2. *Ethanol, 95 Vol.-% C_2H_5OH (zulässig als Vergällungsmittel: Methylethylketon oder Methanol)*

5.3.3. *Isopropanol-Wasser-Gemisch (50/50 v/v):*

– 50 Volumenteile Isopropanol, $CH_3CHOH.CH_3$, und

– 50 Volumenteile Wasser (5.3.1)

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

0,3 Mol NH_4HCO_3 in 1 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch aus 60 Volumenteilen Isopropanol und 40 Volumenteilen Wasser (5.3.1)

5.3.5. *Kationenaustauscher (KAT), stark sauer, alkoholfest, (50-100 mesh)*

5.3.6. *Anionenaustauscher (AAT), makroporös, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) oder gleichwertig*

5.3.7. *Salzsäure 10 Gew.-% HCl*

5.3.8. *Rundkolben mit konischem Schliff und Rückflusskühler, Inhalt 2 000 ml*

5.3.9. *Nutsche (heizbar) für Papierfilter, Durchmesser 90 mm*

5.3.10. *Saugflasche, 2 000 ml*

5.3.11. *Austauschersäule mit Heizmantel und Hahn : Durchmesser des Innenrohres 60 mm, Höhe 450 mm (Abbildung 4)*

5.3.12. *Wasserbad*

5.3.13. *Vakuumtrockenschrank*

5.3.14. *Thermostat*

5.3.15. *Rotationsverdampfer*

5.4. Herstellung des Extrakts und Abtrennung der nichtionischen Tenside

5.4.1. Herstellung des Extrakts

Für den Abbaubarkeitstest sind etwa 25 g MBAS als Tensid erforderlich.

Bei der Herstellung der Extrakte für die Abbaubarkeitstests soll die einzusetzende Produktmenge auf höchstens 2 000 g beschränkt bleiben. Es kann daher nötig werden, die Aufarbeitung zweimal oder öfter durchzuführen, um die für den Abbaubarkeitstest genügende Menge zu erhalten. Erfahrungsgemäß ist die chargenweise Gewinnung der Extrakte arbeitstechnisch vorteilhafter als eine einmalige Extraktion einer größeren Menge.

5.4.2. Abtrennung der alkohollöslichen Bestandteile

Nach Eintragen von 250 g des zu untersuchenden Wasch- und Reinigungsmittels in 1 250 ml Ethanol wird das Gemisch eine Stunde unter Rühren und Rückfluss zum Sieden erhitzt. Die heiße alkoholische Lösung wird über eine auf 50 °C aufgeheizte Nutsche mit einem grobporigen Filter gegeben und rasch abgesaugt. Anschließend spült man Kolben und Nutsche mit rund 200 ml heißem Ethanol nach. Filtrat und Spülalkohol werden in einer leeren Saugflasche aufgefangen.

Bei pastösen und flüssigen Produkten wägt man so viel ein, dass nicht mehr als 25 g anionisches Tensid und 35 g Seife vorliegen. Diese Einwaage wird zur Trockne gebracht. Der Rückstand wird in 500 ml Ethanol gelöst; dann wird wie vorstehend beschrieben verfahren.

Hat ein pulverförmiges Wasch- und Reinigungsmittel eine deutlich geringere Schüttdichte ($< 300 \text{ g/l}$), ist es empfehlenswert, den Ethanolanteil auf ein Verhältnis von 20:1 zu erhöhen.

Das ethanolische Filtrat wird - vorzugsweise mittels eines Rotationsverdampfers - zur Trockne eingedampft. Wird eine größere Extraktmenge benötigt, so wird das Verfahren wiederholt. Der Rückstand wird in 5 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch gelöst.

5.4.3 Vorbereitung der Ionenaustauschersäulen

KATIONENAUSTAUSCHERSÄULE

600 ml KAT (5.3.5) werden in ein 3 000-ml-Becherglas gegeben und darin mit 2 000 ml Salzsäure (5.3.7) übergossen. Man lässt mindestens zwei Stunden unter gelegentlichem Umrühren stehen, sodann dekantiert man die Säure und spült den KAT mit entsalztem Wasser in die Säule (5.3.11) ein, in die man zuvor einen Glaswollebausch eingelegt hat. Die Säule wird mit entsalztem Wasser bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min bis zur Chloridfreiheit gewaschen. Anschließend verdrängt man das Wasser mit 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (5.3.3), ebenfalls bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min. Damit ist die KAT-Säule betriebsbereit.

ANIONENAUSTAUSCHERSÄULE

600 ml AAT (5.3.6) werden in ein Becherglas gegeben und darin mit 2 000 ml entsalztem Wasser vollständig übergossen. Dann lässt man den Austauscher mindestens zwei Stunden lang quellen. Daraufhin spült man den KAT mit entsalztem Wasser in die Säule ein, in die man zuvor einen Glaswollebausch eingelegt hat.

Die Säule wird mit 0,3 M Ammoniumhydrogencarbonatlösung (5.3.4) bis zur Chloridfreiheit gewaschen. Hierzu werden etwa 5 000 ml Lösung benötigt. Dann wird noch einmal mit 2 000 ml entsalztem Wasser gewaschen. Anschließend verdrängt man das Wasser mit 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (5.3.3), ebenfalls bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 10-30 ml/min. Die AAT-Säule befindet sich nun in der OH-Form und ist betriebsbereit.

5.4.4. *Verfahren des Ionenaustauschs*

Man verbindet beide Austauschersäulen derart miteinander, dass sich die KAT-Säule vor der AAT-Säule befindet. Unter Verwendung eines Thermostaten werden die Austauschersäulen auf 50 °C aufgeheizt. Dann werden 5 000 ml der nach 5.4.2 erhaltenen Lösung auf 60 °C erwärmt und die heiße Lösung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von 20 ml/min durch die Säulenkombination gegeben. Anschließend wäscht man mit 1 000 ml des heißen Isopropanol-Wasser-Gemisches (5.3.3) die Säulen nach.

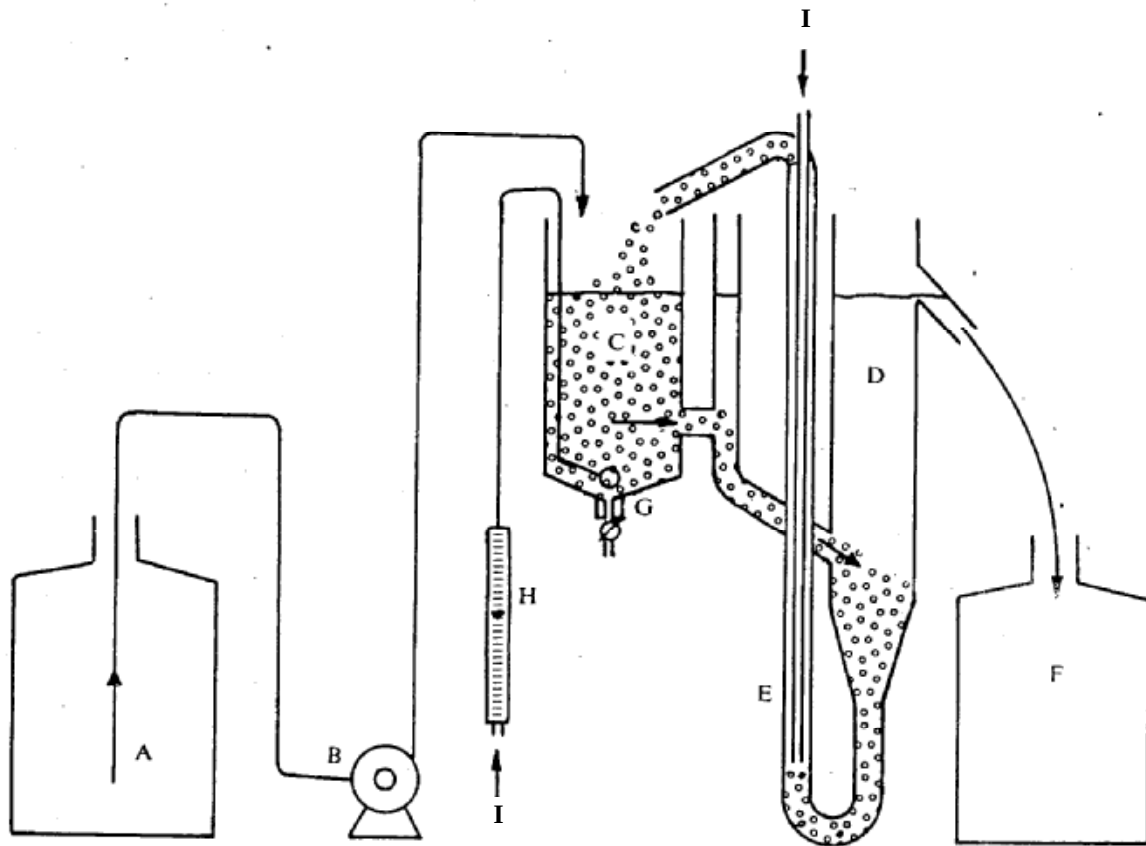
Zur Gewinnung der nichtionischen Tenside werden Durchlauf und Waschalkohol vereint und - vorzugsweise im Rotationsverdampfer - zur Trockne eingedampft. Der Rückstand enthält die BiAS. Entsalztes Wasser zugeben, bis ein bestimmtes Volumen erreicht ist, und den BiAS-Gehalt in der Aliquote bestimmen. Diese Lösung wird als Standardlösung der nichtionischen grenzflächenaktiven Substanzen für den Test der biologischen Abbaubarkeit verwendet. Sie ist bei einer Temperatur unter 5 °C aufzubewahren.

5.4.5. *Regenerierung der verwendeten Austauscher*

Der Kationenaustauscher wird nach Gebrauch verworfen.

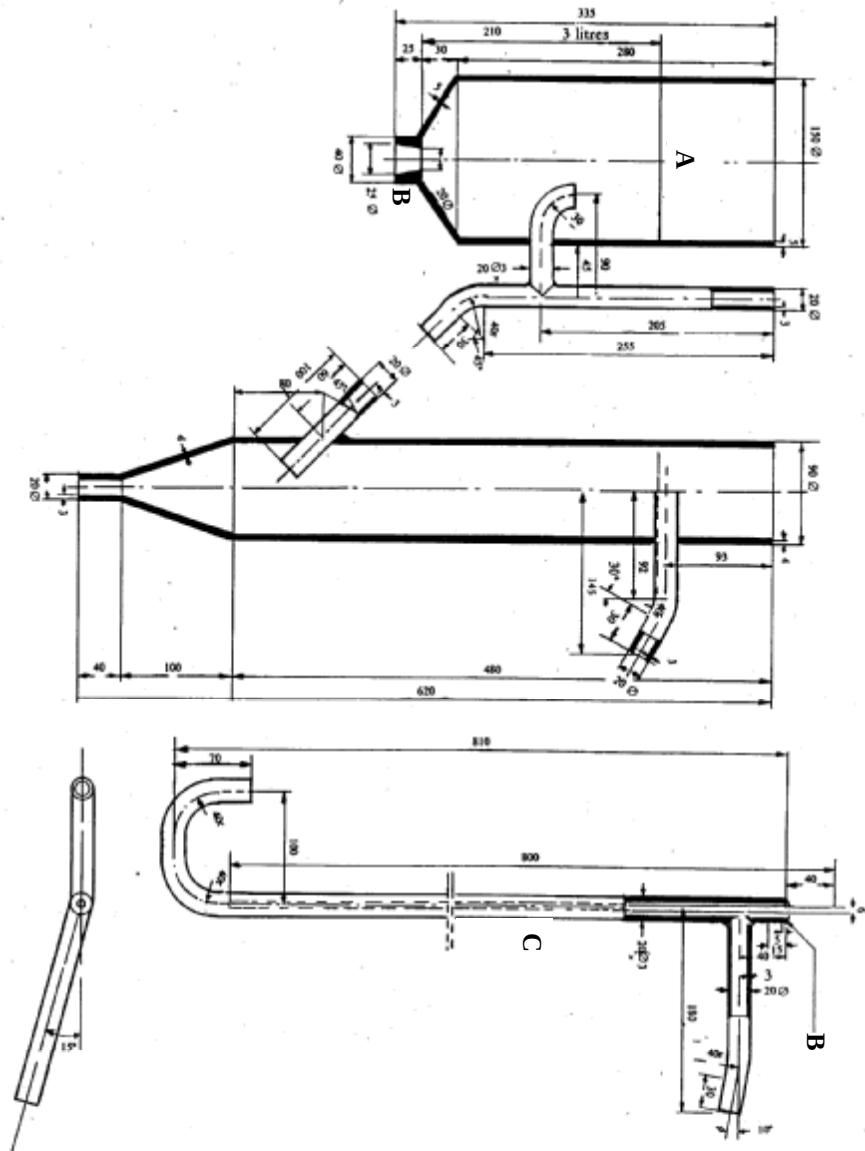
Durch weitere Zugabe 5 000-6 000 ml von Ammoniumhydrogencarbonatlösung (5.3.4) durch die Säule bei einer Durchflussgeschwindigkeit von etwa 10 ml/min, bis das Eluat von anionischen Tensiden frei ist (Methylenblau-Test), wird der Anionenaustauscher regeneriert. Anschließend werden noch 2 000 ml Isopropanol-Wasser-Gemisch (5.3.3) durch den Anionenaustauscher gegeben.

Abbildung 1
Belebtschlammanlage: Schema



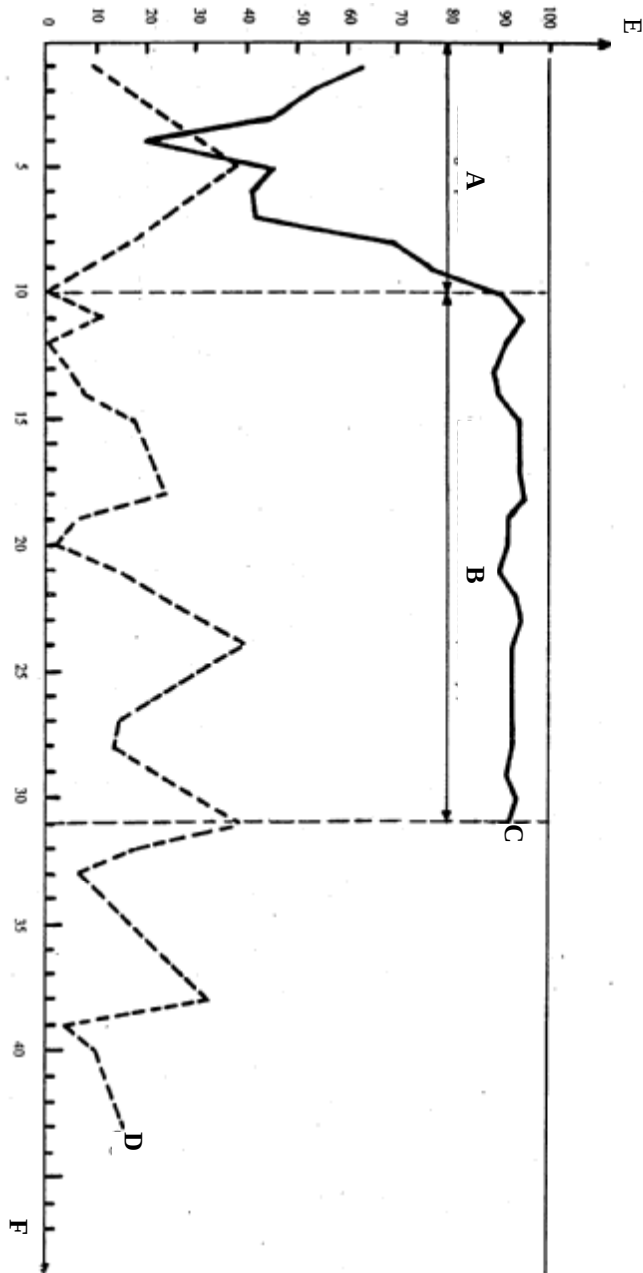
- A. Vorratsgefäß
- B. Dosierpumpe
- C. Belüftungsgefäß (*Inhalt drei Liter*)
- D. Absetzgefäß
- E. Druckluftpumpe
- F. Sammelgefäß
- G. Glasfilterfritte zur Belüftung
- H. Luftmengenmesser
- I. Luft

Abbildung 2
Belebtschlammanlage: Detail
 (Abmessungen in mm)



- A. Flüssigkeitsstand
- B. Hart-PVC
- C. Glas oder wasserfester Kunststoff (Hart-PVC)

Abbildung 3
Berechnung der biologischen Abbaubarkeit - Bestätigungstest



- A. Einarbeitungszeit
- B. Bezugszeitraum für die Berechnung (*einundzwanzig Tage*)
- C. leicht biologisch abbaubares Tensid (*readily biodegradable*)
- D. nicht leicht biologisch abbaubares Tensid
- E. Biologischer Abbau (in %)
- F. Zeit (Tage)

Abbildung 4
Beheizte Austauschersäule
 (Abmessungen in mm)

