



EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO

Bryssel 4.9.2002
KOM(2002) 485 lopullinen

2002/0216 (COD)

Ehdotus:

EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON ASETUS

detergenteistä

(komission esittämä)

PERUSTELUT

1 artikla – Tarkoitus

Tämän asetuksen perustarkoituksena on detergenttien vapaan liikkuvuuden varmistaminen sisämarkkinoilla. Ennen muuta asetetuksella uudistetaan nykyiset detergenttejä koskevat direktiivit pinta-aktiivisten aineiden biologisen hajoavuuden ja tähän peruskysymykseen liittyvän ympäristönsuojelun osalta. Ehdotettujen uusien biologisen hajoavuuden testien käyttöönotolla varmistetaan parempi ympäristönsuojelu, ja testejä voidaan samalla soveltaa kaikenlaisiin detergenttien sisältämiin pinta-aktiivisiin aineisiin. Lisäksi detergenttien ja puhdistusaineiden merkinnöistä annetussa komission suosituksessa 89/542 eriteltyt vaatimukset sekä tietojen antaminen kuluttajille detergenttien sisältämistä hajusteaineista tulevat velvoittaviksi tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvien tuotteiden osalta.

2 artikla ja liite I – Määritelmät

'Detergentille' ehdotettavalla määritelmällä laajennetaan nykyisen lainsäädännön soveltamisalaa koskemaan muita, tämän lainsäädännön tarkoitukseen liittyviä samanlaisia käyttötarkoituksia täytäntöönpanosta jäsenvaltioissa saatujen kokemusten mukaisesti.

Asetuksessa otetaan käyttöön pinta-aktiivisten aineiden määritelmä, jota ei ollut edellisissä säädöksissä.

Lisäksi annetaan asetuksessa esiintyvien biologiseen hajoavuuteen liittyvien käsitteiden määritelmät, koska ne ovat hyödyllisiä asetuksen säännösten moitteettoman täytäntöönpanon kannalta.

Lisäksi esitetään muita määritelmiä ('puhdistus', 'pesu', 'aine', 'valmiste' ja 'markkinoille saattaminen'), jotka voivat olla hyödyllisiä asetuksen soveltamisessa.

3–7 artikla – Markkinoille saattamisen rajoitukset

Näissä artikloissa käsitellään nimenomaisesti aineiden markkinoille saattamista koskevan kiellon ja toisaalta poikkeuslupan myöntämisen edellytyksiä.

Kahden vuoden siirtymäajan katsotaan olevan asianmukainen. Se lasketaan asetuksen täytäntöönpanopäivästä, ja sen tarkoitus on antaa kyseisten aineiden valmistajille aikaa anoa poikkeuslupaa. (Tässä tekstissä valmistajalla tarkoitetaan myös maahantuojia.)

Testien järjestys perustuu ympäristökysymyksiin. Samalla pyritään minimoimaan taloudellisten toimijoiden kustannukset, sillä vain murto-osalle kyseeseen tulevista aineista tarvitsee tehdä kaikki testit. Tämä on tarpeen ainoastaan niille aineille.

Sellaisille aineille, jotka eivät läpäise liitteessä III tarkoitettua lopullisen biologisen hajoavuuden testiä, voidaan myöntää poikkeuslupa, jos valmistajat ovat sitä nimenomaisesti hakeneet. Komissio tekee poikkeuslupapäätökset tapauskohtaisesti komiteamenettelyssä.

Poikkeuslupan myöntäminen edellyttää, että aine täyttää liitteessä II säädetyt primaarista biologista hajoavuutta koskevat vaatimukset, ja se perustuu liitteen IV mukaisesti toimitettavien lisätietojen arviointiin.

Katsottiin asianmukaiseksi, että tässä artiklassa viitataan muihin säädöksiin, erityisesti direktiiviin 76/769/ETY, joiden mukaisesti tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluviin

aineisiin mahdollisesti sovelletaan markkinoille saattamista koskevia rajoituksia, esimerkiksi sellaisia, jotka liittyvät Parcom-yleissopimukseen perustuviin päätöksiin tai suosituksiin.

Tarkoituksena on siirtää vastuu pääosin valmistajille, joiden olisi huolehdittava kaikkien tarvittavien testien tekemisestä, kun asia nykytilanteessa on paljolti jäsenvaltioiden toiminnan varassa.

8 artikla – Jäsenvaltioiden velvollisuudet

Asetuksen tavoitteiden kannalta katsotaan olevan ensisijaisen tärkeää, että markkinoille saattamisen rajoituksia koskevien 3 artiklan säännösten lisäksi määritellään tarkasti pääasialliset toimet, joista jäsenvaltioiden nimetyt toimivaltaiset viranomaiset ovat välittömästi vastuussa.

Kuten aiemman lainsäädännön mukaan, valtioiden on ilmoitettava laboratoriot, joilla on valtuudet tehdä liitteissä II ja III säädetyt testit.

9 artikla – Valmistajien velvollisuudet

Detergenttien ja niiden sisältämien pinta-aktiivisten aineiden valmistajien on pidettävä jäsenvaltioiden viranomaisten saatavilla kaikkia kyseisiä aineita koskevat tekniset asiakirjat. Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarpeelliset toimet ja toimittava aktiivisesti sen varmistamiseksi, että tätä säännöstä noudatetaan.

Detergenttien valmistajat vastaavat edelleen siitä, ettei markkinoille saateta detergenttivalmisteita, jotka sisältävät säännösten vastaisia pinta-aktiivisia aineita, ja varmistettava, että kaikki tarvittava tekninen aineisto on saatavilla.

10 artikla – Valvontatoimet

Jäsenvaltioiden toimivaltaisten viranomaisten olisi voitava valvoa, että valmistajat noudattavat tämän asetuksen säännöksiä.

11 artikla ja liite VIII – Pakkausmerkinnät ja koostumustiedot

Tässä artiklassa ja vastaavassa liitteessä säilytetään nykyiset merkintöjä koskevat säännökset, sillä niiden soveltamista on tarkoitus jatkaa. Jotta samalla otettaisiin huomioon komission suosituksessa 89/542/ETY detergenttien ja puhdistusaineiden pakkausmerkintöjä varten käyttöön otetut uudet vaatimukset, sen 2 ja 3 artiklassa annetuista säännöksistä tehdään velvoittavia.

Suositus on toiminut hyvin, sillä useimmissa jäsenvaltioissa sitä on noudatettu tarkasti. Tässä ehdotuksessa voidaan kuitenkin yhdistää merkintöjä koskevat säännökset muiden sääntöjen kanssa, jotka koskevat detergenttien markkinoille saattamista.

Tätä muutosta olisi pidettävä osoituksena suosituksen onnistumisesta, eikä sitä saisi missään tapauksessa tulkita vapaaehtoisia sopimuksia vastaan tähdätyksi lähestymistavaksi. Hyvää ympäristökäytäntöä koskeva komission suositus 98/480/EY jää edelleen erilliseksi, sillä se kattaa muita kuin tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvia alueita.

Koska hajusteiden ja säilöntäaineiden käyttö on lisääntynyt, ne on sisällytetty uuteen lainsäädäntöön. Niitä ei mainittu suosituksessa 89/542/ETY.

Uuden säännöksen mukaan detergenttien valmistajien on pidettävä terveydenhoidon ammattilaisten saatavilla täydellinen luettelo detergenttien ainesosista, jotta terveydenhoitohenkilöstö voi tutkia, johtuuko allerginen reaktio altistumisesta tietylle kemialliselle aineelle.

12 artikla – Komiteamenettely

Komiteamenettelyssä ehdotetaan noudatettavaksi uuden päätöksen 1999/468/EY mukaista sääntelymenettelyä.

13 artikla – Liitteiden mukauttaminen

Liitteiden I–IX tarkistuksessa ehdotetaan noudatettavaksi komiteamenettelyä, sillä nämä liittyvät tieteellisiin ja teknisiin seikkoihin, eivätkä vaikuta asetuksessa vahvistettuun perusjärjestelmään.

Komiteamenettelyä olisi noudatettava myös 4, 5, 7, 8 ja 13 artiklan osalta, koska nämä liittyvät aineiden ja valmisteiden markkinoille saattamiseen.

14 artikla – Vapaata liikkuvuutta koskeva lauseke

Tämä lauseke täydentää nimenomaisesti markkinoille saattamisen rajoituksia koskevia lausekkeitä. Sitä sovelletaan aineisiin, jotka ovat asetuksen säännösten mukaisia.

15 artikla – Suojalauseke

Se, että aine hajoaa helposti luonnossa, ei tarkoita sitä, etteivät sen hajoamistuotteet tai biologinen hajoamisnopeus aiheuttaisi mahdollisesti huolta erityisesti tietäntyyppisessä käytössä ja erityisesti silloin, kun ekosysteemeihin tapahtuu suuria päästöjä.

16 artikla – Korvattava lainsäädäntö

Tässä artiklassa säädetään, mitkä direktiivit korvataan tällä uudella asetuksella, joka kattaa aiempien direktiivien asiaa koskevat säännökset.

17 artikla – Seuraamukset

Artiklassa säädetään asetuksen noudattamatta jättämisen seuraamuksista, jotka jäsenvaltioiden on vahvistettava.

Liite I – Detergentin määritelmän alaan kuuluvat tuotteet

Liitteessä luetellaan saippuaa ja muita pinta-aktiivisia aineita sisältävät tuotteet, jotka kuuluvat 2 artiklassa vahvistetun 'detergentin' uuden määritelmän alaan ja määritellään nämä aineet.

Liite II – Primaarisen biologisen hajoavuuden testausmenetelmät

Liitteessä vahvistetaan anionisten, ionittomien, kationisten ja amfoteeristen pinta-aktiivisten aineiden primaarisen biologisen hajoavuuden arvioinnissa käytettävät testijärjestelmät ja määrittämenetelmät.

Tärkeimmät muutokset verrattuna nykyisessä lainsäädännössä esitettyihin menetelmiin koskevat kationisia ja amfoteerisia pinta-aktiivisia aineita - ensimmäisen kerran - ja myös

sellaisia anionisia ja ionittomia pinta-aktiivisia aineita, jotka eivät reagoi nykyisessä lainsäädännössä mainituissa testeissä. Niille pinta-aktiivisille aineille, jotka eivät reagoi puolispesifisissä menetelmissä, on käytettävä instrumenttitekniikoita, jotta voitaisiin määrittää kaikki pinta-aktiiviset aineet.

Nämä testit on tehtävä, kun aine ei täytä liitteessä III mainitun lopullisen biologisen hajoavuuden testin vaatimuksia, ja komitea tutkii testit tapauskohtaisesti. On katsottu parhaaksi säilyttää nykyiset primaarisen biologisen hajoavuuden testien vaihtoehdot. Sellaisia tapauksia varten, että jäsenvaltioissa saadaan ristiriitaisia tuloksia, säädetään vertailumenetelmistä. Nämä testit ovat myös tarpeen, kun lasketaan perusaineen ennustepitoisuuksia ympäristössä riskinarviointia varten.

Liite III – Lopullisen biologisen hajoavuuden testausmenetelmät

Lähestymistapa perustuu direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevaan C.4 kohtaan (nopean biologisen hajoavuuden määrittäminen).

On kuitenkin otettu huomioon, että vertailutekstiksi valittu testi, joka on ISO:n kehittämä, on mukautettava tieteen kehitykseen.

Joitakin sellaisia testejä, joiden ei yleensä katsota kovin sopiviksi pinta-aktiivisille aineille, voidaan käyttää vain, jos ne on erityisesti hyväksytty komiteamenettelyssä.

Tutkimuksessa "Surfactant Ring Test-I", toukokuu 1999 (WRC, Water Research Council) tehtiin johtopäätös, että lietteen esialtistuksella pinta-aktiiviselle aineelle seitsemän vuorokauden ajan SCAS-yksikössä (Stability Control Augmentation System), ennen kuin aine testataan headspace-menetelmällä, ei ole yhdenmukaista vaikutusta biologiseen hajoavuuteen tai sen vaihteluun, vaikka yleisesti ottaen biologinen hajoavuus lisääntyi. Kun otetaan huomioon kaikkien laboratorioden tulokset, katsotaan, ettei kannata käyttää tällaista melko vähäistä esialtistusta, koska siitä on paljon työtä vähäiseen hyötyyn verrattuna.

Ehdotettu liite III on myös täysin CSTE:n lausunnossa esitettyjen suositusten mukainen. Liitteen tärkeimmät kohdat ovat:

1. Ehdotetut testit, joilla mitataan lopullista biologista hajoavuutta, merkitsevät edistystä verrattuna primaarisen biologisen hajoavuuden testeihin.
2. ISO:n headspace-menetelmät, OECD:n menetelmä 301 B¹ ja OECD:n menetelmä 301 D² ovat sopivia, mutta näitä OECD:n menetelmiä ei voida soveltaa kaikissa tapauksissa.
3. OECD:n menetelmät 301 A³, 301 C⁴, 301 E⁵ ja 301 F⁶ olivat vähemmän sopivia kuin edellä mainitut menetelmät.
4. Esialtistusta ei pidetä suositeltavana.

¹ Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.C kohdassa selostettu testi.

² Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.E kohdassa selostettu testi.

³ Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.A kohdassa selostettu testi.

⁴ Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.F kohdassa selostettu testi.

⁵ Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.B kohdassa selostettu testi.

⁶ Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4.D kohdassa selostettu testi.

5. Kymmenen vuorokauden mittausaikaa ei pidetä suositeltavana.

Liitteessä III selostetut testausmenetelmät ovat siten parhaat käytettävissä olevat standardoidut lopullisen biologisen hajoavuuden testausmenetelmät. Ne ovat myös vaativampia kuin nykyisessä EU-lainsäädännössä käytetyt primaarisen biologisen hajoavuuden testit. Arviolta kolme prosenttia pinta-aktiivisista aineista, jotka läpäisisivät nykyisen EU-lainsäädännön mukaisen primaarisen biologisen hajoavuuden testin, eivät läpäisisi liitteen III mukaista lopullisen biologisen hajoavuuden testiä. Uusi testi on nykyisiä tiukempi, ja lisäksi se koskee merkittävää kationisista ja amfoteerisista pinta-aktiivisista aineista muodostuvaa markkinasegmenttiä, joka muodostaa noin 10 prosenttia kaikista detergenttien pinta-aktiivisista aineista, jotka eivät ole kuuluneet nykyisten testien piiriin.

Liite IV – Täydentävä riskinarviointi

Liitteessä selostetaan, mitä lisätietoja tarvitaan aineista, jotka eivät läpäise liitteessä III säädettyjä testejä, mutta jotka läpäisevät liitteessä II säädetty testit ja joille haetaan poikkeuslupaa 3 artiklan 3 kohdan perusteella.

Olemassa olevien aineiden vaarojen arvioinnista ja valvonnasta annetussa neuvoston asetuksessa (ETY) N:o 793/93 annetaan yksityiskohtaisia sääntöjä markkinoilla olevia kemikaaleja koskevien tietojen keruusta, levittämisestä ja saatavuudesta sekä riskeistä, joita niistä aiheutuu ihmisille ja ympäristölle. Tarkoituksena on varmistaa, että kyseisiä riskejä voidaan hallita paremmin yhteisön säädösten puitteissa.

Riskien arviointi yhteisesti hyväksyttyjen menettelyjen mukaisesti ennen kuin uusia kemikaaleja saatetaan markkinoille on myös eräs ohjelmoidun arvioinnin tapa. Sellaista kemikaalien arviointia ja asianmukaista ilmoittamista toimivaltaisille viranomaisille ennen aineen saattamista markkinoille edellytetään direktiivissä 92/32/ETY, jolla muutetaan seitsemännen kerran vaarallisten aineiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä annettua neuvoston direktiiviä 67/548/ETY. Kasvinsuojeluaineille ja muille biosidivalmisteille on myös tehtävä perusteellinen riskinarviointi ennen kuin niille voidaan myöntää markkinoille saattamista koskeva lupa.

Tässä ehdotetaan sellaista lähestymistapaa, että otetaan käyttöön tapauskohtaiseen täydentävään arviointiin perustuva järjestelmä, jonka ei ole tarkoitus olla täysin rinnakkainen kahdessa edellä mainitussa säädöksessä säädetyn riskinarviointimenettelyn kanssa. Sen sijaan täydentävän arviointivaiheen tarkoituksena on arvioida syyt, joiden vuoksi aine ei läpäise ensimmäisen vaiheen testiä, ja tarjota mahdollisuus markkinoille saattamisen hyväksymiseksi (edellyttäen, että aine täyttää primaarista biologista hajoavuutta koskevat vaatimukset).

Joka tapauksessa katsotaan, että näitä sääntöjä sovellettaisiin tulevan detergenttiasetuksen soveltamisalaan kuuluviin aineisiin, kun niin säädetään.

Katsotaan, että detergentteihin ja niiden ainesosiin on sovellettava myös kaikkea aineita ja valmisteita sekä vastaavia riskinarviointeja koskevaa laaja-alaista lainsäädäntöä.

Tämän periaatteen mukaisesti tässä valitussa lähestymistavassa keskitytään asioihin, jotka helpottavat sen ratkaisemista, onko nopean biologisen hajoavuuden testissä saatu negatiivinen tulos väärä. Tarkoitus on myös hankkia muita perusteita, joita pidetään olennaisen tärkeinä, jotta voidaan arvioida kyseessä olevan pinta-aktiivisen aineen ja sen biologisessa hajoamisessa syntyvien tuotteiden ympäristövaikutus.

Suosituksot otetaan huomioon CSTEE:n lausunnossa, joten riskinarvioinnissa olisi painotettava mahdollisia metaboliitteja. Tarvitaan tietoja näiden metaboliittien myrkyllisyydestä ja niiden biokertyvyyspotentiaalista sekä jakautumisesta sedimenttiin. Korostetaan, että jos muodostuu erittäin hitaasti hajoavia metaboliitteja, on tehtävä riskinarviointi vaarallisia aineita koskevan EU:n lainsäädännön ja asiaa koskevien teknisten ohjeasiakirjojen mukaisesti. Jos lisäksi epäillään, että jotkin metaboliitit vaikuttavat haitallisesti hormonitoimintaan, suositellaan, että hankitaan tietoja kyseisestä erityisvaarasta heti kun on käytettävissä validoituja tutkimusohjeita tämän tyyppisten vaikutusten arvioimiseksi.

Liite IV – Luettelo poikkeusluvista

Poikkeuslupia koskevassa luettelossa mainitaan kaikki pinta-aktiiviset aineet, joille myönnetään poikkeuslupa.

Liite VI – Luettelo tämän asetuksen nojalla kokonaan tai osittain kiellettävistä pinta-aktiivisista aineista

Luettelossa mainitaan kaikki sellaiset pinta-aktiiviset aineet, joista on todettu, että ne eivät täytä tämän asetuksen vaatimuksia tai joiden käyttöä rajoitetaan tämän asetuksen nojalla.

Liite VII – Luettelo muiden yhteisön säädösten nojalla kiellettävistä pinta-aktiivisista aineista

Luettelossa mainitaan tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvat pinta-aktiiviset aineet, jotka on kielletty kokonaan tai osittain muiden yhteisön säädösten, erityisesti direktiivin 76/769/ETY nojalla.

Liite VIII – Pakkausmerkinnät ja koostumustiedot

Liitteessä säädetään detergenttipakkauksen merkinnöistä koostumuksen, tavallisen pesukoneen pyykkimäärää varten tarvittavan annostelumäärän sekä pakkauksen riittoisuuden osalta. Siinä säädetään myös terveydenhoitohenkilökuntaa varten tarkoitetun ainesosien luettelon muodosta.

Liite IX – Luettelo testaus- ja mittausmenetelmistä

Liitteessä luetellaan testaus- ja mittausmenetelmät, joita käytetään jäsenvaltioissa markkinoilla olevien detergenttien valvonnassa ja jotka ovat nykyisen detergenttilainsäädännön liitteenä.

Ehdotus:

EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON ASETUS

detergenteistä

(ETA:n kannalta merkityksellinen teksti)

EUROOPAN PARLAMENTTI JA EUROOPAN UNIONIN NEUVOSTO, jotka
ottavat huomioon Euroopan yhteisön perustamissopimuksen ja erityisesti sen 95 artiklan,
ottavat huomioon komission ehdotuksen⁷,
ottavat huomioon talous- ja sosiaalikomitean lausunnon⁸,
noudattavat Euroopan yhteisön perustamissopimuksen 251 artiklassa tarkoitettua menettelyä,⁹
sekä katsovat seuraavaa:

- (1) Selkeyden vuoksi olisi uudistettava ja korvattava yhdellä tekstillä seuraavat direktiivit: neuvoston direktiivi 73/404/ETY¹⁰, annettu 22 päivänä marraskuuta 1973, pesuaineita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä, viimeksi muutettuna neuvoston direktiivillä 86/94/ETY¹¹, neuvoston direktiivi 73/405/ETY¹², annettu 22 päivänä marraskuuta 1973, anionisten pinta-aktiivisten aineiden biologisen hajoavuuden mittausten menetelmiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä, viimeksi muutettuna neuvoston direktiivillä 82/243/ETY¹³ sekä neuvoston direktiivi 82/242/ETY¹⁴, annettu 31 päivänä maaliskuuta 1982, ionittomien pinta-aktiivisten aineiden biologisen hajoavuuden mittausten menetelmiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä ja direktiivin 73/404/ETY muuttamisesta. Lisäksi olisi otettava mukaan detergenttien ja puhdistusaineiden pakkausmerkinnöistä 13 päivänä syyskuuta 1989 annetun komission suosituksen 89/542/ETY¹⁵ säännökset, jotka koskevat detergenttien ja puhdistusaineiden pakkausmerkintöjä.
- (2) Euroopan yhteisön perustamissopimuksen 5 artiklassa tarkoitettujen toissijaisuus- ja suhteellisuusperiaatteiden mukaisesti jäsenvaltiot eivät voi riittävällä tavalla toteuttaa suunnitellun toiminnan tavoitteita, joiden tarkoituksena on detergenttien

⁷ EYVL C [...], [...], s. [...].

⁸ EYVL C [...], [...], s. [...].

⁹ Euroopan parlamentin lausunto, ...

¹⁰ EYVL L 347, 17.12.1973, s 51.

¹¹ EYVL L 80, 25.3.1986, s 51.

¹² EYVL L 347, 17.12.1973, s 53.

¹³ EYVL L 109, 22.4.1982, s 18.

¹⁴ EYVL L 109, 22.4.1982, s 1.

¹⁵ EYVL L 291, 10.10.1989, s 55.

sisämarkkinoiden varmistaminen, ilman koko yhteisön alueella voimassa olevia yhteisiä teknisiä vaatimuksia, ja ne voidaan näin ollen toteuttaa paremmin yhteisön tasolla. Tämä toiminta olisi rajoitettava vähimpään mahdolliseen, joka tarvitaan tavoitteiden saavuttamiseksi, eikä se saa ylittää sitä, mikä on tarpeen tätä tarkoitusta varten. Asetus on asianmukainen oikeudellinen väline, sillä se valvoittaa suoraan valmistajat noudattamaan täsmällisiä vaatimuksia, jotka otetaan käyttöön kaikkialla yhteisössä samaan aikaan ja samalla tavalla. Teknistä lainsäädäntöä on sovellettava samalla tavalla kaikissa jäsenvaltioissa, ja tämä voidaan taata vain asetuksella.

- (3) Detergenteille on tarpeen laatia uusi määritelmä, joka kattaa niiden käyttötarkoitukset ja on jäsenvaltioissa tapahtuneen kehityksen mukainen.
- (4) On myös otettava käyttöön pinta-aktiivisen aineen määritelmä, joka puuttuu nykyisestä lainsäädännöstä.
- (5) On tärkeää kuvata selvästi ja täsmällisesti kysymykseen tulevat biologisen hajoavuuden lajit.
- (6) Yhteisössä olisi toteutettava detergentejä koskevia toimenpiteitä sisämarkkinoiden toiminnan varmistamiseksi ja kilpailun esteiden torjumiseksi.
- (7) Kuten komission asiakirjassa *Valkoinen kirja - Tulevaa kemikaalipolitiikkaa koskeva strategia*¹⁶ vahvistetaan, näiden toimien olisi varmistettava korkea ympäristönsuojelun taso etenkin vesiympäristön osalta.
- (8) Detergentejä koskevat jo eräät valmistukseen, käsittelyyn, käyttöön ja merkintöihin liittyvät yhteisön säännökset, joita ovat erityisesti detergentejä ja puhdistusaineita koskeva komission suositus 89/542/ETY ja kotitalouksien pyykinpesuaineita koskevista hyvistä ympäristökäytännöistä 22 päivänä heinäkuuta 1998 annettu komission suositus 98/480/EY¹⁷. Vaarallisten valmisteiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä 31 päivänä toukokuuta 1999 annettu Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivi 1999/45/EY¹⁸ koskee detergentejä.
- (9) Ditalidimetyyliammoniumkloridi (DTDMAC) ja nonyylifenoli (myös etoksylaattijohdannaiset, APE:t) ovat ensisijaisia aineita, joita koskevia riskinarviointitoimia suoritetaan yhteisön tasolla olemassa olevien aineiden vaarojen arvioinnista ja valvonnasta 23 päivänä maaliskuuta 1993 annetun neuvoston asetuksen (ETY) N:o 793/93¹⁹ mukaisesti ja joiden osalta ehdotetaan tarvittaessa menettelyjä altistumisen aiheuttamien riskien pienentämiseksi muiden soveltuvien EY:n välineiden puitteissa.
- (10) Detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden biologisesta hajoavuudesta annettu lainsäädäntö koskee nykyisin vain primaarista biologista hajoavuutta²⁰, ja sitä voidaan soveltaa vain anionisiin²¹ ja ionittomiin²² pinta-aktiivisiin aineisiin. Nykyinen

¹⁶ Asiakirja KOM(2001) 88 lopullinen.

¹⁷ EYVL L 215, 1.8.1998, s. 73.

¹⁸ EYVL L 200, 30.7.1999, s. 1.

¹⁹ EYVL L 84, 5.4.1993, s. 1.

²⁰ Neuvoston direktiivi 73/404/ETY (EYVL L 347, 17.12.1973, s. 51) ja neuvoston direktiivi 86/94/ETY (EYVL L 80, 25.3.1986, s. 51).

²¹ Neuvoston direktiivi 73/405/ETY (EYVL L 347, 17.12.1973, s. 53) ja neuvoston direktiivi 82/243/ETY (EYVL L 109, 22.4.1982, s. 18).

lainsäädäntö on siksi tarpeen korvata uudella lainsäädännöllä, jossa pääpaino on lopullisessa biologisessa hajoavuudessa ja joka vastaa pysyvien metaboliittien mahdolliseen myrkyllisyyteen liittyviin tärkeisiin huolenaiheisiin.

- (11) Tämä edellyttää, että otetaan käyttöön uudet EN ISO-standardeihin ja OECD:n ohjeisiin perustuvat testit, joiden perusteella voidaan myöntää markkinoille saattamista koskevia lupia.
- (12) Ympäristönsuojelun korkean tason varmistamiseksi detergenttejä, jotka eivät täytä tämän asetuksen vaatimuksia, ei saa saattaa markkinoille.
- (13) Myrkyllisyyttä, ekomyrkyllisyyttä ja ympäristöä käsittelevä tiedekomitea (CSTEE) antoi 25 päivänä marraskuuta 1999 lausunnon detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden biologisesta hajoavuudesta ja testausmenetelmien merkityksestä alan sääntelyvalvonnassa.
- (14) Nykyiset primaarista biologista hajoavuutta koskevat vaatimukset on tarkoitus säilyttää toisenasteisena kriteerinä sellaisille pinta-aktiivisille aineille, jotka eivät läpäise lopullisen biohajovuuden testejä. Sellaisille pinta-aktiivisille aineille, jotka eivät läpäise primaarisen biohajovuuden testiä, ei voida myöntää markkinoille saattamista koskevaa poikkeuslupaa.
- (15) Primaarista biologista hajoavuutta koskevat vaatimukset on tarpeen ulottaa koskemaan kaikkia, erityisesti kationisia ja amfoteerisia pinta-aktiivisia aineita. Samalla on annettava mahdollisuus tehdä instrumenttianalyyskejä niissä tapauksissa, joihin puolispesifiset analyttiset menetelmät eivät sovellu.
- (16) Biologisen hajoavuuden testimenetelmien määrittely, poikkeuslupakriteerien asettaminen ja poikkeuslupaluetteloiden ylläpito ovat teknisiä tehtäviä, joita on tarpeen jatkuvasti tarkistaa tekniikan ja tieteen kehityksen sekä sääntelyn muutosten ottamiseksi huomioon.
- (17) Testimenetelmien olisi tuotettava tietoa, jonka perusteella voidaan riittävällä tavalla varmistaa detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden aerobinen biologinen hajoavuus.
- (18) Detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden biologista hajoavuutta testaavilla testimenetelmillä voidaan saada vaihtelevia tuloksia, ja niitä voi olla tarpeen täydentää lisämäärittelyksillä, jotta voidaan määrittää jatkuvasta käytöstä aiheutuva riski.
- (19) Lisäksi olisi vahvistettava säännökset, joiden nojalla voidaan poikkeustapauksissa saattaa markkinoille sellaisia detergenttien pinta-aktiivisia aineita, jotka eivät läpäise lopullisen biologisen hajoavuuden testejä. Ympäristönsuojelun turvaamiseksi tämä olisi tehtävä kaiken asiaankuuluvan tiedon perusteella tapauskohtaisesti.
- (20) Tämän asetuksen täytäntöönpanemiseksi tarvittavat toimenpiteet ovat menettelystä komissiolle siirrettyä täytäntöönpanovaltaa käytettäessä 28 päivänä kesäkuuta 1999 tehdyn neuvoston päätöksen 1999/468/EY 2 artiklassa tarkoitettuja laajakantoisia

toimenpiteitä²³, joten niistä on päätettävä kyseisen päätöksen 5 artiklassa vahvistettua sääntelymenettelyä noudattaen.

- (21) On asianmukaista viitata muuhun laaja-alaiseen lainsäädäntöön, joka koskee detergenttien sisältämiä pinta-aktiivisia aineita. Tällaisia säädöksiä ovat varsinkin seuraavat: 27 päivänä heinäkuuta 1976 annettu neuvoston direktiivi 76/769/ETY²⁴, jonka nojalla tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvien varallisten aineiden markkinointi ja käyttö voidaan kieltää tai sitä voidaan rajoittaa, vaarallisten aineiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä 27 päivänä kesäkuuta 1967 annettu neuvoston direktiivi 67/548/ETY²⁵, neuvoston direktiivin 67/548/ETY mukaisesti ilmoitettujen aineiden ihmisille ja ympäristölle aiheuttamien vaarojen arviointiperiaatteiden vahvistamisesta 20 päivänä heinäkuuta 1993 annettu komission direktiivi 93/67/ETY²⁶ tai asetus (ETY) N:o 793/93 sekä olemassa olevien aineiden ihmisille ja ympäristölle aiheuttamien riskien arviointia koskevien periaatteiden vahvistamisesta neuvoston asetuksen (ETY) N:o 793/93 mukaisesti 28 päivänä kesäkuuta 1994 annettu komission asetus (EY) N:o 1488/94²⁷.
- (22) Valmistajien olisi pidättäydyttävä saattamasta markkinoille detergentejä, jotka eivät täytä tämän asetuksen säännöksiä. Niiden on myös pidettävä toimivaltaisten viranomaisten saatavilla tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvien aineiden ja valmisteiden tätä asiaa koskevat tekniset tiedot. Tämän olisi koskettava myös pinta-aktiivisia aineita, jotka eivät ole läpäisseet liitteessä III tarkoitettuja testejä.
- (23) Valmistajien olisi voitava pyytää poikkeuslupaa ja komission olisi voitava myöntää sellainen tässä asetuksessa tarkoitetun komiteamenettelyn mukaisesti.
- (24) Jäsenvaltioiden toimivaltaisten viranomaisten olisi voitava suorittaa markkinoilla olevia detergentejä koskevia valvontatoimia, mutta niiden olisi vältettävä toistamasta toimivaltaisten laboratorioiden tekemiä testejä.
- (25) Pakkausmerkintöjä koskevat säännökset olisi säilytettävä ja detergenttien ja puhdistusaineiden merkintöjä koskevan suosituksen 89/452/ETY säännökset olisi sisällytettävä annettavaan asetukseen, jotta saavutettaisiin detergenttivalmisteita koskevien määräysten uudistamisen tavoitteet. Käyttöön otetaan merkinnät, joiden avulla kuluttajille tiedotetaan detergenteissä olevista hajusteista ja säilöntäaineista. Terveystieteiden henkilöstön olisi voitava pyynnöstä saada valmistajilta täydellinen luettelo detergentin sisältämistä ainesosista, jotta he voivat selvittää, johtuuko allerginen reaktio altistumisesta tietyille kemialliselle aineelle.
- (26) Kaikki edellä mainitut seikat puoltavat nykyisen lainsäädännön korvaamista uudella. Jäsenvaltiot voivat kuitenkin edelleen soveltaa nykyistä lainsäädäntöään kahdeksantoista kuukauden ajan.
- (27) Tämän asetuksen teknisiä liitteitä mukautetaan komiteamenettelyssä.

²³ EYVL L 184, 17.7.1999, s 23.

²⁴ EYVL L 262, 27.9.1976, s 201.

²⁵ EYVL L 196, 16.8.1967, s 1.

²⁶ EYVL L 227, 8.9.1993, s 9.

²⁷ EYVL L 161, 29.6.1994, s 3.

- (28) Tämän asetuksen säännösten mukaiset detergentit voidaan saattaa markkinoille, sen rajoittamatta muiden asiaa koskevien yhteisön säännösten soveltamista.
- (29) Ihmisen ja ympäristön suojelemiseksi ennakoimattomilta riskeiltä tarvitaan suojalauseke.
- (30) Pinta-aktiivisten aineiden biologista hajoavuutta koskevat testit olisi tehtävä laboratorioissa, jotka ovat kansainvälisesti tunnustetun standardin, eli standardin EN/ISO/IEC/17025 mukaisia. Ei olisi perusteltua vaatia edellä mainitun säännöksen soveltamista nykyisiin pinta-aktiivisiin aineisiin, jos niitä koskevat testit on tehty ennen mainitun standardin voimaantuloa ja ovat tieteelliseltä laadultaan vastaavat.
- (31) Komission olisi tarkasteltava kysymyksiä, jotka liittyvät anaerobiseen biologiseen hajoavuuteen, detergenttien tärkeimpien muiden kuin pinta-aktiivisten orgaanisten ainesosien biologiseen hajoavuuteen sekä fosfaattipitoisuuteen, ja tehtävä perustelluissa tapauksissa ehdotuksia Euroopan parlamentille ja neuvostolle.
- (32) Tällä asetuksella korvattavat perusteluosan 1 kohdassa mainitut viisi direktiiviä ja komission suositus olisi kumottava.

OVAT ANTANEET TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

Tavoitteet ja soveltamisala

1. Tässä asetuksessa vahvistetaan säännöt, joiden tarkoituksena on saada aikaan detergenttien ja detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden vapaa liikkuvuus sisämarkkinoilla ja samalla varmistaa ympäristönsuojelun korkea taso.
2. Tätä tarkoitusta varten asetuksessa vahvistetaan säännöt, jotka koskevat
 - detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden biologista hajoavuutta ja
 - detergenttien pakkausmerkintöjä.

2 artikla

Määritelmät

Tässä asetuksessa tarkoitetaan:

1. 'detergentillä' kaikkia aineita ja valmisteita, jotka on tarkoitettu käytettäväksi vesipohjaisessa pesuprosessissa. Detergentit voivat olla missä tahansa muodossa (neste, jauhe, tahna, levy, puriste, tabletti, kapseli jne.) ja tarkoitettu käytettäväksi kotitalouksissa ja/tai laitoksissa ja/tai teollisuudessa. Muut tämän määritelmän alaan kuuluviksi katsottavat tuotteet luetellaan liitteessä I olevassa A osassa.
2. 'pesulla' pyykin, kankaan, astioiden tai keittiövälineiden puhdistusta,
3. 'puhdistuksella' samaa kuin standardin EN ISO 862 englanninkielisessä toisinnossa termillä *cleaning*,

4. 'aineella' kemiallisia alkuaineita ja niiden luonnontilaisia tai tuotantoprosessissa syntyneitä yhdisteitä, mukaan luettuna tuotteen stabiiliuden säilyttämiseksi tarvittavat lisäaineet ja käytetystä prosessista peräisin olevat epäpuhtaudet, mutta poisluettuna liuottimet, jotka voidaan poistaa vaikuttamatta aineen stabiiliuteen tai muuttamatta sen koostumusta,
5. 'valmisteella' seosta tai liuosta, joka koostuu kahdesta tai useammasta aineesta,
6. 'pinta-aktiivisella aineella' kaikkia detergenteissä käytettäviä orgaanisia aineita tai valmisteita, jotka on lisätty detergenttiin pinta-aktiivisuusominaisuuksien vuoksi puhdistusta, huuhtelua ja/tai tekstiilien pehmennyskäsittelyä varten ja joissa on yksi tai useampia hydrofiilisiä ryhmiä ja yksi tai useampia hydrofobisia ryhmiä, jotka ovat sen laatuja ja kokoja, että ne voivat muodostaa misellejä,
7. 'primaarisella biologisella hajoavuudella' mikro-organismien aikaansaamaa pinta-aktiivisen aineen rakenteellista muutosta (transformaatiota), jonka johdosta aine menettää pinta-aktiiviset ominaisuutensa perusaineen hajotessa, jolloin se myös menettää liitteessä II mainituilla testimenetelmillä mitattavan pinta-aktiivisuuden,
8. 'lopullisella aerobisella biologisella hajoavuudella' sitä biologisen hajoavuuden tasoa, joka saavutetaan, kun mikro-organismit käyttävät pinta-aktiivisen aineen täydellisesti hapen läsnäollessa, jolloin aineesta muodostuu hiilidioksidia, vettä ja mineraalisuoloja mahdollisten muiden alkuaineiden kanssa (mineralisaatio), liitteessä III mainituilla testimenetelmillä mitattuna, ja uusia mikrobisoluista koostuvia ainesosia (biomassaa),
9. 'markkinoille saattamisella' tuomista yhteisön markkinoille ja siten asettamista kolmansien saataville maksua vastaan tai maksutta. Maahantuontia yhteisön tullialueelle pidetään markkinoille saattamisena.
10. 'valmistajalla' luonnollista henkilöä tai oikeushenkilöä (mukaan luettuna maahantuojat), joka saattaa detergentin tai detergentissä käytettävän pinta-aktiivisen aineen markkinoille.

3 artikla

Markkinoille saattaminen

1. Yhteisön markkinoille saatettavien 1 artiklassa tarkoitettujen detergenttien ja detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden on oltava tässä asetuksessa ja sen liitteissä vahvistettujen ehtojen, ominaisuuksien ja rajoitusten mukaisia.
2. Detergenttien ja/tai detergenteissä käytettävien pinta-aktiivisten aineiden valmistajien on oltava yhteisön alueelle sijoittautuneita.
3. Valmistajat vastaavat siitä, että detergentit ja/tai detergenttien sisältämät pinta-aktiiviset aineet ovat tämän asetuksen ja sen liitteiden säännösten mukaisia.

4 artikla
Markkinoille saattamisen rajoitukset

1. Jos detergentti sisältää pinta-aktiivisia aineita, joiden lopullinen aerobinen biologinen hajoavuus on vähäisempää kuin mitä liitteessä III säädetään, pinta-aktiivisia aineita sisältävien detergenttien tai detergenteissä käytettävien pinta-aktiivisten aineiden valmistajat voivat pyytää poikkeuslupaa. Poikkeuslupa-anomukset tehdään 5 ja 9 artiklan säännösten mukaisesti.
2. Primaarisen biologisen hajoavuuden taso on mitattava kaikille detergenttien sisältämille pinta-aktiivisille aineille, jotka eivät läpäise lopullisen aerobisen biologisen hajoavuuden testejä. Detergenttien pinta-aktiivisille aineille, joiden primaarinen biologinen hajoavuus on alhaisempi kuin mitä säädetään liitteessä II, ei myönnetä poikkeuslupaa.

5 artikla
Poikkeusluvan myöntäminen

1. Valmistajan on pyydettävä poikkeuslupaa lähettämällä 8 artiklan 1 kohdassa tarkoitetuille kyseisen jäsenvaltion toimivaltaisille viranomaisille ja komissiolle hakemus, jossa esitetään 6 artiklan 1 kohdassa tarkoitettuihin perusteisiin liittyvät näytöt.
2. Hakemuksiin on liitettävä tekninen asiakirja, jossa annetaan kaikki tiedot ja perusteet, jotka ovat tarpeen detergenttien pinta-aktiivisten aineiden, jotka eivät täytä liitteissä II ja III vahvistettuja biologisen hajoavuuden raja-arvoja, tiettyyn käyttöön liittyvien turvallisuuskäyttökohtien arvioimiseksi.

Teknisessä asiakirjassa on esitettävä liitteessä III sekä liitteissä II ja IV säädettyjen testien tulokset.

3. Jäsenvaltioiden toimivaltaiset viranomaiset tutkivat vastaanottamansa 1 ja 2 kohdan mukaiset poikkeuslupahakemukset, arvioivat vastaavatko ne poikkeuslupaehdot ja ilmoittavat tulokset viipymättä komissiolle.

Jos jäsenvaltion toimivaltainen viranomainen pitää aineen ja/tai valmisteen mahdollisesti aiheuttamien vaarojen arvioimisen vuoksi tarpeellisenä, se voi pyytää lisätietoja ja/tai varmistus- tai vahvistustestejä sellaisista aineista ja/tai valmisteista tai niiden muunnostuotteista, jotka niille on ilmoitettu tai joista ne ovat saaneet tiedon tämän asetuksen mukaisesti.

4. Komissio voi myöntää poikkeusluvan 12 artiklan 2 kohdassa vahvistetun menettelyn mukaisesti. Tarvittaessa komissio voi ennen poikkeusluvan myöntämistä arvioida edelleen 3 kohdassa tarkoitettuja seikkoja.
5. Tällaisilla poikkeuksilla voidaan sallia detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden saattaminen markkinoille ja niiden käyttö tai asettaa sille eriasteisia rajoituksia sen mukaan, mitkä ovat tämän asetuksen liitteessä IV tarkoitettujen täydentävien riskinarvioinnin tulokset. Poikkeuslupa voi sisältyä detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden markkinoille saattamista koskeva siirtymäaika.

6. Komissio julkaisee luettelon pinta-aktiivisista aineista, joille on myönnetty poikkeuslupa liitteessä V säädetyin ehdoin ja rajoituksin.

6 artikla

Poikkeuslupan epääminen

1. Komissio voi kieltäytyä myöntämästä poikkeuslupaa seuraavin perustein:
 - käyttö suurina määrinä,
 - käyttö laajalle leviäviin tarkoituksiin, kuten yleisön toimesta, eikä rajoitettuihin sovelluksiin, kuten erikoiskäyttöön teollisuudessa tai laitossiivouksessa,
 - käytöstä saatava yhteiskunnallinen ja taloudellinen hyöty on pienempi kuin käytön vaikutukset ihmisten terveyteen ja ympäristöön.
2. Niin kauan kuin komissio ei ole tehnyt päätöstä poikkeusluvasta, kyseisen pinta-aktiivisen aineen käyttöä voidaan jatkaa, jos valmistaja voi osoittaa, että aine oli jo käytössä yhteisön markkinoilla tämän asetuksen voimaantulopäivänä ja että poikkeuslupahakemus on tehty kahden vuoden kuluessa voimaantulopäivästä. Jos komissio ei myönnä pinta-aktiiviselle aineelle poikkeuslupaa, se voi vahvistaa siirtymäajan, jonka kuluessa kyseinen pinta-aktiivinen aine on poistettava markkinoilta. Siirtymäajan pituus ei saa ylittää kahta vuotta.

7 artikla

Pinta-aktiivisten aineiden testaus ja kiellettyjen tai käytöltään rajoitettujen aineiden luettelointi

1. Kaikki 3 ja 4 artiklassa ja liitteissä II, III, IV ja IX tarkoitetut testit on tehtävä liitteessä I olevan B osan 1 kohdassa mainitun standardin mukaisesti. Jos pinta-aktiivisia aineita käytetään detergenteissa, jotka olivat markkinoilla ennen edellä tarkoitettun standardin voimaantuloa, voidaan tapauskohtaisesti hyväksyä testit, jotka on tehty soveltaen parasta käytettävissä olevaa tieteellistä tietoa ja liitteessä I olevan B osan 1 kohdassa mainittua standardia vastaavan standardin mukaisesti. Valmistaja tai jäsenvaltio voi jättää komission käsiteltäväksi epäselvät tai kiistanalaiset tapaukset. Asiasta päätetään 12 artiklan 2 kohdan mukaisesti.
2. Liitteessä VI luetellaan pinta-aktiiviset aineet, joiden käyttö on kiellettyä tai rajoitettua, koska ne eivät täytä tämän asetuksen vaatimuksia.
3. Liitteessä VII lueteltujen pinta-aktiivisten aineiden käyttö detergenteissa on myös kiellettyä tai rajoitettua muun yhteisön lainsäädännön ja varsinkin direktiivin 76/769/ETY mukaisesti riippumatta liitteissä II, III ja IV tarkoitettujen testien tuloksista.

8 artikla

Jäsenvaltioiden velvollisuudet

1. Jäsenvaltioiden on nimitettävä toimivaltainen viranomainen (toimivaltaiset viranomaiset), jo(i)lla on valtuudet antaa ja vaihtaa tämän asetuksen käytännön

soveltamiseen liittyviä tietoja, ja ilmoitettava komissiolle kyseisten viranomaisten nimet ja täydelliset osoitteet.

2. Kunkin jäsenvaltion on annettava muille jäsenvaltioille ja komissiolle täydelliset nimet ja osoitteet sisältävä luettelo hyväksytyistä laboratorioista, jotka ovat toimivaltaisista suorittamaan tässä asetuksessa ja sen liitteissä vaadittavat testit. Jäsenvaltioiden on osoitettava edellä tarkoitettujen laboratorioiden pätevyys liitteessä I olevassa B osassa mainittujen standardien mukaisesti.
3. Jos jäsenvaltion toimivaltaisella viranomaisella on aihetta epäillä, että hyväksytyllä laboratoriolla ei ole edellä 2 kohdassa tarkoitettua pätevyyttä, sen on tuotava asia 12 artiklassa tarkoitetun komitean käsiteltäväksi. Jos komissio päättää, että laboratoriolla ei ole 2 kohdassa tarkoitettua pätevyyttä, hyväksytyn laboratorion nimi poistetaan 4 kohdassa tarkoitettua luettelosta. Päätos tehdään 15 artiklan 2 kohdan mukaisesti.
4. Komissio julkaisee 1 kohdassa tarkoitetun luettelon toimivaltaisista viranomaisista ja 2 kohdassa tarkoitetun luettelon hyväksytyistä laboratorioista *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

9 artikla

Valmistajien velvollisuudet

1. Valmistajien, jotka saattavat markkinoille tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvia valmisteita ja/tai aineita, on pidettävä jäsenvaltioiden toimivaltaisten viranomaisten saatavilla seuraavat tiedot:
 - tiedot liitteessä III mainittujen testien yhdestä tai useammasta tuloksesta,
 - niistä pinta-aktiivisista aineista, jotka eivät ole läpäisseet liitteessä III säädettyjä testejä ja joiden osalta on tehty 5 artiklan mukainen poikkeuslupaanomus:
 - i) testituloksia koskeva tekninen asiakirja siten kuin liitteessä II säädetään,
 - ii) testituloksia koskeva tekninen asiakirja siten kuin liitteessä IV säädetään.
2. Kun tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvia aineita tai valmisteita saatetaan markkinoille, valmistaja vastaa siitä, että edellä mainitut asiaankuuluvat testit suoritetaan asianmukaisesti. Valmistajan on myös pidettävä saatavilla suoritettuja testejä koskevat asiakirjat, joista käy ilmi, että asetusta on noudatettu ja että valmistaja on oikeutettu hyötymään testitulosten omistusoikeuksista, ellei kysymys ole testituloksista, jotka ovat jo julkisia.
3. Valmistajien, jotka saattavat markkinoille tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvia valmisteita, on pyynnöstä annettava viipymättä ja maksutta terveydenhoitoalan ammattilaisille liitteessä VIII olevan C osan mukainen luettelo valmisteiden ainesosista.

10 artikla
Valvontatoimet

1. Jäsenvaltioiden toimivaltaiset viranomaiset voivat tarpeen mukaan toteuttaa valvontatoimia markkinoilla olevien detergenttien osalta käyttäen liitteessä IX tarkoitettuja testi- ja analyysimenetelmiä. Valmistajien ei tarvitse valvontatoimien toteuttamiseksi toistaa 8 artiklan 2 kohdassa mainitut ehdot täyttävien laboratoriodien suorittamia testejä eikä maksaa testien toistamisesta tai lisätesteistä, jos detergentit tai detergenttien sisältämät pinta-aktiiviset aineet ovat ensimmäisessä testissä osoittautuneet tämän asetuksen säännöksiä vastaaviksi.
2. Jos epäillään, että liitteiden II, III, IV tai IX mukaisilla testimenetelmillä on saatu virheellisiä positiivisia tuloksia, jäsenvaltion toimivaltaisten viranomaisten on ilmoitettava asiasta komissiolle, joka voi 12 artiklan 2 kohdassa säädettyä menettelyä noudattaen todentaa kyseiset tulokset ja ryhtyä tarvittaviin toimenpiteisiin.

11 artikla
Pakkausmerkinnät

1. Tämän artiklan säännökset eivät rajoita niiden vaarallisten aineiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien säännösten soveltamista, jotka sisältyvät vaarallisten aineiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä annettuun direktiiviin 67/548/ETY tai 1999/45/EY.
2. Seuraavat tiedot on esitettävä luettavin, näkyvin ja pysyvin kirjaimin pakkauksessa, jossa detergentit saatetaan kuluttajalle myytäväksi:
 - a) tuotteen nimi,
 - b) tuotteen markkinoille saattamisesta vastuussa olevan nimi tai toiminimi ja osoite tai tavaramerkki,
 - c) osoite, josta 9 artiklan 3 kohdassa tarkoitettu luettelo on saatavissa.Samat tiedot on esitettävä kaikissa detergenttien irtotavarakuljetuksia seuraavissa asiapapereissa.
3. Detergenttipakkauksissa on ilmoitettava sisältö liitteessä VIII olevassa A osassa säädettyjen spesifikaatioiden mukaisesti.
4. Lisäksi yleisölle myytävien, pyykinpesuaineiksi tarkoitettujen detergenttien pakkauksissa on esitettävä liitteessä VIII olevassa B osassa säädetty tiedot.
5. Jos jäsenvaltiossa on voimassa kansallinen vaatimus, jonka mukaan pakkausmerkintöjen on oltava kansallisella kielellä (kansallisilla kielillä), jäsenvaltion on ilmoitettava tästä komissiolle, ja valmistajan on noudatettava tätä vaatimusta edellä 3 ja 4 kohdassa tarkoitettujen tietojen osalta.

12 artikla
Komiteamenettely

1. Komissiota avustaa komitea, joka muodostuu jäsenvaltioiden edustajista ja jonka puheenjohtajana on komission edustaja.
2. Viitattaessa tähän kohtaan ovat voimassa päätöksen 1999/468/EY 5 ja 7 artikla mainitun päätöksen 8 artiklan mukaisesti.
3. Päätöksen 1999/468/EY 5 artiklan 6 kohdassa tarkoitettu ajanjakso on kolme kuukautta.
4. Komitea vahvistaa työjärjestyksensä.

13 artikla
Liitteiden mukauttaminen

Muutokset, jotka ovat tarpeen liitteiden I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII ja IX mukauttamiseksi on tehtävä 12 artiklan 2 kohdassa säädettyä menettelyä noudattaen ja aina kun se on mahdollista eurooppalaisten standardien mukaisesti.

14 artikla
Vapaata liikkuvuutta koskeva lauseke

Jäsenvaltiot eivät saa kieltää, rajoittaa tai estää tässä asetuksessa säädetty vaatimukset täyttävien detergenttien tai detergenttien pinta-aktiivisten aineiden markkinoille saattamista.

15 artikla
Suojalauseke

1. Jos jäsenvaltiolla on perustellut syyt katsoa, että vaikka tietty detergentti täyttää tämän asetuksen vaatimukset, se aiheuttaa vaaran ihmisten tai eläinten terveydelle tai ympäristölle, se voi väliaikaisesti kieltää kyseisen detergentin saattamisen markkinoille alueellaan tai asettaa markkinoille saattamiselle väliaikaisia ehtoja.

Jäsenvaltion on välittömästi ilmoitettava sellaisesta toimenpiteestä muille jäsenvaltioille ja komissiolle ja perusteltava päätöksensä.

2. Kun jäsenvaltioita tai tarvittaessa soveltuvaa komission teknistä tai tiedekomiteaa on kuultu, asiasta tehdään päätös yhdeksänkymmenen päivän kuluessa 12 artiklan 2 kohdassa tarkoitettua menettelyä noudattaen.

16 artikla
Korvattava lainsäädäntö

1. Kumotaan seuraavat direktiivit tämän asetuksen voimaantulopäivästä lähtien:
 - direktiivi 73/404/ETY,
 - direktiivi 73/405/ETY,

- direktiivi 82/242/ETY,
 - direktiivi 82/243/ETY ja
 - direktiivi 86/94/ETY.
2. Viittauksia edellä minittuihin direktiiveihin pidetään viittauksina tähän asetukseen.
 3. Kumotaan detergenttien pakkausmerkintöjä koskeva suositus 89/542/ETY siltä osin, kuin se koskee tämän direktiivin soveltamisalaan kuuluvia detergentejä.

17 artikla **Seuraamukset**

1. Jäsenvaltioiden on viimeistään tämän asetuksen voimaantulopäivänä vahvistettava:
 - asianmukaiset oikeudelliset ja hallinnolliset toimenpiteet tämän asetuksen säännösten noudattamatta jättämisen käsittelemiseksi ja
 - varoittavat, tehokkaat ja oikeasuhteiset noudattamatta jättämisen seuraamukset.
2. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

18 artikla **Voimaantulo**

Tämä direktiivi tulee voimaan 18 kuukautta sen jälkeen, kun se julkaistaan *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty

Euroopan parlamentin puolesta
Puhemies

Neuvoston puolesta
Puheenjohtaja

LIITE I

A. Detergentin määritelmän alaan kuuluvat tuotteet

Seuraavat saippuaa tai muita pinta-aktiivisia aineita sisältävät tuotteet kuuluvat myös 2 artiklan 1 kohdassa esitetyn 'detergentin' määritelmän alaan:

- 'pesuapuvälineet', jotka on tarkoitettu vaatteiden, kotitaloustekstiilien jne. liotukseen (esipesuun), huuhteluun tai valkaisuun,
- 'pyykinpesun huuhteluvälineet', jotka on tarkoitettu kankaiden tunnun muokkaamiseen pesua täydentävissä prosesseissa,
- 'puhdistusvälineet', jotka on tarkoitettu kotitalouksien yleispuhdistusaineiksi ja/tai muuhun vesipohjaiseen pintojen (esimerkiksi materiaalien, tuotteiden, koneiden, mekaanisten välineiden, kulkuneuvojen ja niihin liittyvien välineiden, instrumenttien, laitteiden jne.) puhdistukseen,
- 'muut puhdistus- ja pesuvälineet', jotka on tarkoitettu yleensä vesipohjaisiin prosesseihin.

B. Akkreditointistandardit, jotka koskevat toimivaltaisia laboratorioita, jotka on valtuutettu tarkastamaan täyttävätkö EY detergentit tämän asetuksen ja sen liitteiden vaatimukset

1. Laboratorioita koskevat standardit:

SFS-EN ISO/IEC 17025, Testaus- ja kalibrointilaboratorioiden pätevyys. Yleiset vaatimukset.

2. Akkreditointielimiä koskevat standardit:

SFS-EN 45003, Kalibrointi- ja testauslaboratorioiden akkreditointijärjestelmä. Toimintaa ja tunnustamista koskevat yleiset vaatimukset.

LIITE II

Detergenttien pinta-aktiivisten aineiden primaarisen biologisen hajoavuuden testausmenetelmät

Primaarinen biologinen hajoavuus mitataan määrittämällä paljonko pinta-aktiivista perusainetta on jäljellä biologisesti hajonneissa liuoksissa. Tässä *liitteessä* luetellaan aluksi kaikille pinta-aktiivisten aineiden luokille yhteiset testimenetelmät ja sitten A–D kohdissa kunkin luokan erityiset menetelmät.

Läpäisyperusteena primaarisen biologisen hajoavuuden osalta on vähintään 80 prosentin taso jäljempänä mainituissa testeissä mitattuna.

Tässä asetuksessa tarkoitettujen pinta-aktiivisten aineiden laboratoriotestauksen vertailumenetelmä perustuu liitteessä IX olevassa 1 kohdassa selostettuun OECD:n vahvistamaan testimenetelmään. Vahvistamaan testimenetelmään voidaan tehdä muutoksia edellyttäen, että ne ovat standardin EN ISO 11733 mukaisia.

TESTAUSMENETELMÄT

1. OECD:n menetelmä "Proposed Method for the Determination of the Biodegradability of Surfactants used in Synthetic Detergents" (Ehdotus synteettisten detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden biologisen hajoavuuden mittaumenetelmäksi), joka on julkaistu OECD:n teknisessä raportissa (11.6.1976).
2. Ranskassa käytetty menetelmä, joka on hyväksytty 24.12.1987 annetulla asetuksella, joka on julkaistu 30.12.1987 (*Journal officiel de la République française*, s. 15385), ja kesäkuussa 1981 annetulla standardilla NF 73-260, jonka on julkaissut Association française de normalisation (AFNOR).
3. Saksassa käytetty menetelmä, joka perustuu 30.1.1977 annettuun säädökseen "Verordnung Über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln" (*Bundesgesetzblatt* 1977, I osa, s. 244), sellaisena kuin se on muutettuna 18.6.1980 annetulla asetuksella (*Bundesgesetzblatt* 1980, I osa, s. 706).
4. Yhdistyneessä kuningaskunnassa käytetty menetelmä, jonka nimi on "Porous Pot Test", Water Research Centre, tekninen raportti nro 70 (1978).
5. OECD:n varmistustestimenetelmä, joka kuvataan liitteessä IX olevassa 1 osassa (sekä suoritusedellytysten mahdolliset muutokset, sellaisina kuin ne esitetään standardissa EN ISO 11733). Tämä on myös vertailumenetelmä, jota käytetään oikeusriitojen ratkaisemisessa.

A. Anionisten pinta-aktiivisten aineiden analysointimenetelmät

Anioniset pinta-aktiiviset aineet on määritettävä näissä testeissä Methylene Blue Active Substance (MBAS) -menetelmällä (metyleenisinimenetelmä) liitteessä IX olevassa 2 kohdassa vahvistettujen kriteerien mukaisesti.

Jos anioninen pinta-aktiivinen aine ei reagoi edellä mainitussa MBAS-menetelmässä tai jos tehokkuuden tai tarkkuuden vuoksi (tämä olisi perusteltava) vaikuttaa asianmukaisemmalta, on käytettävä asianmukaista instrumenttitekniikkaa, joka on spesifinen tutkittavalle pinta-

aktiiviselle aineelle. Pinta-aktiivisen aineen valmistajan on toimitettava näytteitä tutkittavasta puhtaasta aineesta jäsenvaltioiden toimivaltaisille viranomaisille pyynnöstä.

B. Ionittomien pinta-aktiivisten aineiden analysointimenetelmät

Ionittomat pinta-aktiiviset aineet on määritettävä näissä testeissä Bismuth Active Substance (BiAS) -menetelmällä (vismuttimenetelmä) liitteessä IX olevassa 3 kohdassa vahvistetun analyysimenetelmän mukaisesti.

Jos ioniton pinta-aktiivinen aine ei reagoi edellä mainitussa BiAS-menetelmässä tai jos tehokkuuden tai tarkkuuden vuoksi (tämä olisi perusteltava) vaikuttaa asianmukaisemmalta, on käytettävä asianmukaista instrumenttitekniikkaa, joka on spesifinen tutkittavalle pinta-aktiiviselle aineelle. Pinta-aktiivisen aineen valmistajan on toimitettava näytteitä tutkittavasta puhtaasta aineesta jäsenvaltioiden toimivaltaisille viranomaisille pyynnöstä.

C. Kationisten pinta-aktiivisten aineiden analysointimenetelmät

Kationiset pinta-aktiiviset aineet on määritettävä näissä testeissä Disulfine Blue Active Substance (DBAS) -menetelmällä seuraavien menettelyjen mukaisesti:

Saksassa käytetty menetelmä (1989) DIN 38 409 – Ausgabe: 1989-07.

Jos kationinen pinta-aktiivinen aine ei reagoi edellä mainitussa testimenetelmässä tai jos tehokkuuden tai tarkkuuden vuoksi (tämä olisi perusteltava) vaikuttaa asianmukaisemmalta, on käytettävä asianmukaista instrumenttitekniikkaa, joka on spesifinen tutkittavalle pinta-aktiiviselle aineelle. Pinta-aktiivisen aineen valmistajan on toimitettava näytteitä tutkittavasta puhtaasta aineesta jäsenvaltioiden toimivaltaisille viranomaisille pyynnöstä.

D. Amfoteeristen pinta-aktiivisten aineiden analysointimenetelmät

Amfoteeriset pinta-aktiiviset aineet on määritettävä näissä testeissä analysoimalla seuraavia menetelmiä noudattaen:

1. *jos kationisia aineita ei ole läsnä:*

Saksassa käytetty menetelmä, (1989) DIN 38 409-Teil 20

2. *muutoin:*

Orange II -menetelmä (Boiteux, 1984).

Jos amfoteerinen pinta-aktiivinen aine ei reagoi edellä mainituissa testeissä tai jos tehokkuuden tai tarkkuuden vuoksi (tämä olisi perusteltava) vaikuttaa asianmukaisemmalta, on käytettävä asianmukaista instrumenttitekniikkaa, joka on spesifinen tutkittavalle pinta-aktiiviselle aineelle. Pinta-aktiivisen aineen valmistajan on toimitettava näytteitä tutkittavasta puhtaasta aineesta jäsenvaltioiden toimivaltaisille viranomaisille pyynnöstä.

LIITE III
Detergenttien pinta-aktiivisten aineiden lopullisen biologisen hajoavuuden
(mineralisaatio) testausmenetelmät

- A. Tässä asetuksessa tarkoitettu pinta-aktiivisten aineiden lopullista biologista hajoavuutta koskeva vertailumenetelmä perustuu ISO-standardiin 14593: 1999 (CO₂ headspace -testi).**

Detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden katsotaan olevan biologisesti hajoavia, jos biologinen hajoavuus (mineralisaatio) on jäljempänä luetelluissa testeissä²⁸ mitattuna vähintään 60 prosenttia kahdenkymmenen kahdeksan päivän kuluessa.

1. Standardi EN ISO 14593: 1999. Water quality. – Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium. – Method by analysis of inorganic carbon in sealed vessels (CO₂ headspace test). Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta. (Vertailumenetelmä.)
2. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-C kohdassa esitetty menetelmä (Carbon Dioxide Evolution Modified Sturm Test, hiilidioksidin muodostumistesti): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta.
3. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-E kohdassa esitetty menetelmä (suljettua pulloa käyttävä testi): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta.
4. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-E kohdassa esitetty menetelmä (manometri-respirometria): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta.
5. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-F kohdassa esitetty menetelmä (MITI, Japanin kansainvälisen kaupan ja teollisuuden ministeriö): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta.

- B. Pinta-aktiivisen aineen fysikaalisista ominaisuuksista riippuen voidaan mahdollisesti käyttää jotakin jäljempänä mainituista menetelmistä, jos se perustellaan asianmukaisesti.²⁹ On huomattava, että näiden menetelmien vähintään 70 prosentin läpäisyperustetta on pidettävä edellä A kohdassa lueteltujen menetelmien vähintään 60 prosentin läpäisyperustetta vastaavana. Näiden menetelmien soveltuvuus on päätettävä tapauskohtaisesti tämän asetuksen 5 artiklan mukaisesti.**

1. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-A kohdassa esitetty menetelmä (Dissolved Organic Carbon, DOC, Die-Away, liuenneen orgaanisen hiilen häviämiseen perustuva testi): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden

²⁸ Näitä viittä testiä pidetään sopivimpina pinta-aktiivisille aineille.

²⁹ DOC-menetelmillä saatavat tulokset saattavat mitata aineen poistumista järjestelmästä eikä lopullista biologista hajoamista. Manometri-respirometria ja Miti-menetelmä eivät ehkä sovellu joihinkin tapauksiin, koska korkea alkukonsentraatio saattaa olla inhiboiva tekijä

mittausajan periaatetta ei sovelleta. Testin mukaisesti mitatun biologisen hajoavuuden läpäisyperuste on vähintään 70 prosenttia kahdenkymmenen kahdeksan päivän kuluessa.

2. Direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.4-B kohdassa esitetty menetelmä (Modified OECD Screening-DOC Die-Away, modifioitu liuenneen orgaanisen hiilen häviämiseen perustuva alustava testi): Esialtistusta ei pidä käyttää. Kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta ei sovelleta. Testin mukaisesti mitatun biologisen hajoavuuden läpäisyperuste on vähintään 70 prosenttia kahdenkymmenen kahdeksan päivän kuluessa.

(Huom: Kaikki edellä mainitut neuvoston direktiivissä 67/548/ETY mainitut menetelmät on esitetty myös julkaisussa *Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union*. Part 2: "Testing Methods". European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.)

LIITE IV

Täydentävä riskinarviointi detergenttien sisältämille pinta-aktiivisille aineille

Niiden pinta-aktiivisten aineiden osalta, joille on tehty riskinarviointi direktiivin 93/67/ETY tai asetuksen (ETY) N:o 793/93 ja asetuksen (EY) N:o 1488/94 sekä teknisten ohjeasiakirjojen mukaisesti, tämä riskinarviointi otetaan huomioon yhdessä tämän asetuksen mukaisesti tehdyn täydentävän riskinarvioinnin kanssa.

Jos on todennäköistä, että muodostuu hitaasti hajoavia metaboliitteja, tämän asetuksen mukaisesti tehtyä täydentävää riskinarviointia on tarkasteltava direktiivin 93/67/ETY ja asetuksen (ETY) N:o 793/93 mukaisesti tehtyjen arviointien yhteydessä. Tämä on arvioitava tapauskohtaisesti ja erityisesti tämän liitteen osassa 3 tarkoitettujen testien tulosten perusteella.

Tutkimuksessa on käsiteltävä vesiympäristöä. Komitea voi vaatia tapauskohtaisesti erityisiin riskinarviointikysymyksiin liittyviä tietoja. Lisätiedot voivat koskea esimerkiksi muita ympäristökohteita kuten viemärilietettä ja maaperää.

Kuten 12 artiklan 2 kohdassa ja 13 artiklassa mainitaan, poikkeuslupia koskevia päätöksiä varten tarvittavia tässä liitteessä selostettuja ohjeita voi olla tarpeen mukauttaa tieteen ja tekniikan kehitykseen kertyneiden kokemusten perusteella.

Asetuksen 5 ja 9 artiklassa tarkoitetun teknisen asiakirjan on sisällettävä ainakin seuraavassa selostetut tiedot:

1. **Pinta-aktiivisen aineen tunnistetiedot** (Neuvoston direktiivin 67/548/ETY liitteessä VII olevan A osan säännösten mukaisesti.)
 - 1.1. *Nimi*
 - 1.1.1. IUPAC-nimikkeistössä esiintyvät nimet
 - 1.1.2. Muut nimet
 - 1.1.3. CAS-numero ja -nimitys (jos saatavissa)
 - 1.1.4. EINECS-³⁰ tai ELINCS-³¹ numerot (jos saatavissa)
 - 1.2. *Molekyyl- ja rakennekaava*
 - 1.3. *Pinta-aktiivisen aineen koostumus*

³⁰ Euroopassa kaupallisessa käytössä olevien kemiallisten aineiden luettelo.

³¹ Euroopassa ilmoitettujen kemiallisten aineiden luettelo.

2. **Pinta-aktiivista ainetta koskevat tiedot**

2.1. *Pinta-aktiivisen aineen määrät detergenteissä*

2.2. Tässä osassa annettavien käyttötietojen on oltava riittäviä, jotta voidaan likimääräisesti mutta todenmukaisesti arvioida, miten aine detergenteissä käytettynä vaikuttaa ja missä määrin ympäristö voi altistua sille. Tässä on annettava seuraavat tiedot:

- käyttötavan tärkeys (merkitys yhteiskunnalle)
- käyttöolosuhteet (päästöjä koskevat arviot)
- käyttömäärä
- vaihtoehtoisten aineiden saatavuus ja sopivuus (niiden teho ja taloudelliset näkökohdat)
- asiaa koskevien ympäristötietojen arviointi.

3. **Tiedot mahdollisesta hitaasti hajoavasta metaboliitista**

Testiliuosten myrkyllisyyttä koskevat tiedot on annettava. Jos jäännöksen tunnistetietoja ei ole, voidaan vaatia jäljempänä 4.2.1 kohdassa tarkoitettujen tietojen antamista riippuen detergenttien sisältämien pinta-aktiivisten aineiden mahdollisesti aiheuttamasta riskistä, merkityksestä ja käyttömäärästä. Näihin tietoihin liittyvissä ristiriitatapauksissa voidaan tehdä päätös 12(2) artiklan mukaisesti.

4. **Lisätutkimukset**

4.1. *Biologisen hajoavuuden testit:*

4.1.1. Esialtistettu inokulumi

Mikä tahansa liitteessä III kuvattu testi voidaan tehdä esialtistetulla inokulumilla, jotta saadaan näyttöä pinta-aktiivisen aineen testauksen esialtistusvaiheen tarkoituksenmukaisuudesta.

4.1.2. Aineelle ominaisen biologisen hajoavuuden testit

Testiohjelmassa on oltava vähintään yksi seuraavista testeistä:

- direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.12 kohdassa selostettu testi (modifioitu SCAS-testi)
- direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.9 kohdassa selostettu testi (Zahn-Wellens)

Se, että pinta-aktiivinen aine ei läpäise aineelle ominaisen biologisen hajoavuuden testiä, on osoitus potentiaalisesta pysyvyydestä, jota voidaan yleensä ottaen pitää riittävänä perusteena kieltää pinta-aktiivisen aineen saattaminen markkinoille, ellei 5 artiklan mukaisesti ole muita perusteltuja syitä poikkeusluvan myöntämiselle.

4.1.3. Aktiivilietesimulaatioon perustuvat biologisen hajoavuuden testit

Testiohjelman on sisällettävä seuraavat testit:

- direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.10 kohdassa selostettu testi

(sekä suoritusedellytysten mahdolliset muutokset, sellaisina kuin ne esitetään standardissa EN ISO 11733).

Se, että pinta-aktiivinen aine ei läpäise aktiivilietesimulaatioon perustuvaa biologisen hajoavuuden testiä, on osoitus siitä, että puhdistamokäsittelyssä voi tapahtua metaboliittien päästöjä, minkä voidaan yleensä ottaen katsoa merkitsevän tarvetta täydellisempään riskinarviointiin.

4.2. *Biologisen hajoavuuden testiliuosten myrkyllisyystestaus*

Testiliuosten myrkyllisyydestä on annettava seuraavat tiedot:

4.2.1. Kemiaalliset ja fysikaaliset tiedot, kuten

- metaboliitin tunnistetiedot (ja tiedot analyysimenetelmistä, joiden avulla tiedot on saatu)
- tärkeimmät fysikaaliset ja kemialliset ominaisuudet (vesiliukoisuus, jakaantumiskerroin oktanoli/vesi (Log Po/w, jne.).

4.2.2. Vaikutukset eliöihin

Kalat: Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.1 kohdassa selostettua testiä.

Daphnia (vesikirppu): Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.2 kohdassa selostettua testiä.

Levät: Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.3 kohdassa selostettua testiä.

Bakteerit: Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.11 kohdassa selostettua testiä.

4.2.3. Hajoavuus

Bioottinen: Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.5 kohdassa selostettua testiä.

Abioottinen: Suositellaan direktiivin 67/548/ETY liitteessä V olevassa C.7 kohdassa selostettua testiä. Toimitettavissa tiedoissa on käsiteltävä myös metaboliittien biokertyvyyspotentiaalia ja jakautumista sedimenttiin.

Jos epäillään, että jotkin metaboliitit häiritsevät hormonitoimintaa, suositellaan, että määritetään, voiko niillä olla haitallisia vaikutuksia. Tämä on tehtävä niin pian kuin on saatavilla validoituja testausohjelmia tällaisten haitallisten vaikutusten arvioimiseksi.

Huom: Kaikki edellä mainitut direktiivissä 67/548/ETY mainitut menetelmät on esitetty myös seuraavassa julkaisussa: "*Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union*. Part 2: "Testing Methods". European Commission 1997. ISBN 92-828-0076-8.)

LIITE V
Luettelo pinta-aktiivisista aineista, joille on myönnetty poikkeuslupa

Seuraavat detergenteissä käytettävät pinta-aktiiviset aineet, jotka läpäisevät liitteen II mukaiset testit, mutta jotka eivät läpäise liitteessä III säädettyjä testejä, voidaan saattaa markkinoille 5 artiklassa tarkoitetulla poikkeusluvalla ja 12 artiklan 2 kohdassa säädetyn menettelyn mukaisesti.

NIMI IUPAC-NIMIKKEISTÖSSÄ	EINECS- TAI ELINCS -NUMERO	CAS-NUMERO JA CAS-NIMITYS	RAJOITUKSET

EINECS on Euroopassa kaupallisessa käytössä olevien kemiallisten aineiden luettelo. Siinä luetellaan kaikki yhteisön markkinoilla 18. syyskuuta 1981 olleet aineet.

ELINCS on Euroopassa ilmoitettujen kemiallisten aineiden luettelo, sellaisena kuin se määritellään vaarallisten aineiden luokitusta, pakkaamista ja merkintöjä koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä annetun neuvoston direktiivin 67/548/ETY muuttamisesta seitsemännen kerran 30 päivänä huhtikuuta 1992 annetussa neuvoston direktiivissä 92/32/ETY³².

³² EYVL L 154, 5.6.1992, s 1.

LIITE VI

Luettelo kokonaan tai osittain kielletyistä detergenttien pinta-aktiivisista aineista

Seuraavien detergenteissä käytettävien pinta-aktiivisten aineiden ei katsota täyttävän tämän asetuksen säännöksissä säädettyjä vaatimuksia:

NIMI IUPAC-NIMIKKEISTÖSSÄ	EINECS- TAI ELINCS -NUMERO	CAS-NUMERO JA CAS-NIMITYS	RAJOITUKSET

EINECS on Euroopassa kaupallisessa käytössä olevien kemiallisten aineiden luettelo. Siinä luetellaan kaikki yhteisön markkinoilla 18. syyskuuta 1981 olleet aineet.

ELINCS on Euroopassa ilmoitettujen kemiallisten aineiden luettelo, sellaisena kuin se määritellään direktiivissä 92/32/ETY.

LIITE VII

Luettelo detergenttien pinta-aktiivisista aineista, jotka kielletään kokonaan tai osittain muun yhteisön lainsäädännön perusteella

Seuraavassa luetellaan tämän asetuksen soveltamisalaan kuuluvat detergenttien pinta-aktiiviset aineet, jotka on kielletty kokonaan tai osittain muiden yhteisön säädösten, erityisesti direktiivin 76/769/ETY nojalla.³³

NIMI IUPAC- NIMIKKEISTÖSSÄ	SÄÄDÖS	EINECS- TAI ELINCS -NUMERO	CAS-NUMERO JA CAS-NIMITYS	RAJOITUKSET

EINECS on Euroopassa kaupallisessa käytössä olevien kemiallisten aineiden luettelo. Siinä luetellaan kaikki yhteisön markkinoilla 18. syyskuuta 1981 olleet aineet.

ELINCS on Euroopassa ilmoitettujen kemiallisten aineiden luettelo, sellaisena kuin se määritellään neuvoston direktiivissä 92/32/ETY.

³³ Luettelossa voidaan tarvittaessa viitata kansainvälisten sopimusten täytäntöönpanoon ja/tai kansainvälisiin organisaatioihin.

LIITE VIII

Pakkausmerkinnät ja koostumustiedot

A. Sisältömerkinnät

Kuten tämän asetuksen 11 artiklan 3 kohdassa säädetään, seuraavat merkintäsäännökset koskevat yleisölle myytävien detergenttien pakkauksia.

Merkinnöissä käytettävät painoprosenttialueet ovat

- alle 5 prosenttia
- 5 prosenttia tai enemmän mutta alle 15 prosenttia
- 15 prosenttia tai enemmän mutta alle 30 prosenttia
- 30 prosenttia tai enemmän.

Näitä painoprosenttialueita on käytettävä ilmoitettaessa seuraavassa luettelossa mainittujen ainesosien pitoisuutta, kun se on yli 0,2 painoprosenttia:

- fosfaatit
- fosfonaatit
- anioniset pinta-aktiiviset aineet
- kationiset pinta-aktiiviset aineet
- amfoteeriset pinta-aktiiviset aineet
- ionittomat pinta-aktiiviset aineet
- happipohjaiset valkaisuaineet
- klooripohjaiset valkaisuaineet
- EDTA
- nitrilotrietikkahappo
- fenolit ja halogenoidut fenolit
- paradiklooribentseeni
- aromaattiset hiilivedyt
- alifaattiset hiilivedyt
- halogenoidut hiilivedyt
- saippua

- zeoliitit
- polykarboksylaatit.

Muihin mahdollisesti käytettyihin ainesosiin ei sovelleta edellä mainittuja painoprosenttialueita eikä 0,2 prosentin kynnyksarvoa. Seuraaviin luokkiin kuuluvat ainesosat, jos niitä käytetään, merkitään riippumatta niiden pitoisuudesta:

- entsyymit
- desinfiointiaineet.

Jos käytetään säilöntäaineita, ne on lueteltava riippumatta niiden pitoisuudesta. Mahdollisuuksien mukaan on käytettävä direktiivin 76/768/ETY 8 artiklassa vahvistettua yhteistä nimitystä.

Jos detergentti sisältää hajusteita, jotka mainitaan hajusteiden allergiaa aiheuttavien ainesosien luettelossa, jonka on vahvistanut kosmetiikan ja kuluttajille tarkoitettujen muiden tuotteiden kuin elintarvikkeiden tiedekomitea lausunnossaan SCCNFP/0017/98³⁴, nämä on mainittava kyseisen komitean vahvistaman nimikkeistön mukaisesti riippumatta niiden pitoisuudesta.

Sellaisten detergenttien osalta, jotka on tarkoitettu käytettäväksi vain teollisuudessa ja jotka eivät ole yleisön satavilla, ei tarvitse noudattaa edellä mainittuja vaatimuksia, jos vastaavat tiedot ovat saatavilla teknisinä tiedotteina, turvallisuustiedotteina tai muussa asianmukaisessa muodossa.

B. Annostelutiedot

Kuten tämän asetuksen 11 artiklan 4 kohdassa säädetään, seuraavat merkintäsäännökset koskevat yleisölle myytävien detergenttien pakkauksia. Yleisölle myytävissä pyykinpesuun tarkoitettujen detergenttien pakkauksissa on annettava seuraavat tiedot:

- Suositellut määrät ja/tai annostusohjeet ilmaistuna millilitroina tai grammoina tavallisen pesukoneen pyykkimäärää kohti ja tietylle veden kovuudelle sekä yhdelle tai kahdelle pesusyklille.
- Montako tavallista pesukoneellista "tavanomaisen likaista" pyykkiä voidaan pestä pakkauksen sisältämällä määrällä, kun käytetään kovuudeltaan keskimääräistä vettä (2,5 mmol CaCO₃/l).
- Pakkauksessa mahdollisesti annettavan mitta-astian vetoisuus on ilmoitettava millilitroina tai grammoina.

Tavallinen pesukoneellinen on tehokkaiden detergenttien osalta 4,5 kg kuivaa pyykkiä ja hienopesuun tarkoitettujen detergenttien osalta 2,5 kg kuivaa pyykkiä ekologisista arviointiperusteista yhteisön ympäristömerkin myöntämiseksi pyykinpesuaineille tehdyn komission päätöksen 1999/476/EY määritelmien mukaisesti. Detergenttiä pidetään

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

tehokkaana, jos valmistajan tai maahantuojan antamissa tuotetiedoissa ei ensisijaisesti painoteta "kankaan hoitoa" (alhaista lämpötilaa, herkkiä kuituja ja värejä).

C. Luettelo ainesosista

Seuraavat säännökset koskevat tämän asetuksen 9 artiklan 3 kohdassa tarkoitettua ainesosien luetteloa.

Luettelossa on mainittava detergentin ja valmistajan nimi.

Kaikki ainesosat on mainittava. Ainesosat on lueteltava painon mukaan alenevassa järjestyksessä, ja luettelo on jaettava seuraaviin painoprosenttialueisiin:

- 10 prosenttia tai enemmän
- 1 prosenttia tai enemmän mutta alle 10 prosenttia
- 0,1 prosenttia tai enemmän mutta alle 1 prosenttia
- alle 0,1 prosenttia.

Epäpuhtauksia ei pidetä ainesosina.

Luettelossa on mainittava kunkin ainesosan kemiallinen nimi tai IUPAC-nimi³⁵, CAS-numero sekä, jos nämä ovat saatavilla, INCI-nimi³⁶ ja Euroopan farmakopean mukainen nimi.

³⁵ International Union of Pure and Applied Chemistry
³⁶ International Nomenclature Cosmetic Ingredient

LIITE IX

Testi- ja määrittämenetelmät

Jäljempänä kuvattuja testi- ja määrittämenetelmiä käytetään jäsenvaltioiden suorittamassa markkinoilla olevien detergenttien valvonnassa.

1. VERTAILUMENETELMÄ (varmistustesti)

1.1. Määrittäelmä

Tämä menetelmä kuvaa aktiivilietelaitoksen ja saostusaltan laboratoriomallin, jonka tarkoituksena on simuloida kunnallista jätevedenpuhdistusta. Kuvattavat olosuhteet ovat samat kuin tätä asetusta edeltäneissä direktiiveissä. Tähän testimenetelmään voidaan soveltaa uusimpia kehittyneitä suoritusedellytyksiä standardissa EN ISO 11733 kuvatulla tavalla.

1.2. Mittauksessa tarvittavat laitteet

Mittausmenetelmässä käytetään kuvassa 1 ja yksityiskohtaisemmin kuvassa 2 esitettyä pientä aktiivilietelaitosta. Laitteisto koostuu jätevesiastiasta A synteettistä jätevettä varten, annostelupumpusta B, ilmastusastiasta C, saostusastiasta D, ilmapumpusta E aktiivilietteen kierrättämistä varten ja astiasta F laitteistosta tulevan käsitellyn jäteveden keräämiseksi.

Astioiden A ja F on oltava lasia tai sopivaa muovia ja vetoisuudeltaan vähintään kaksikymmentäneljä litraa. Pumpun B on pumpattava tasaisesti synteettistä jätevettä ilmastusastiaan, jossa tavanomaisen käytön aikana on kolme litraa sekoitettua nestettä. Sintteri-ilmastin G on ripustettu astiaan C kartion kärkeen. Ilmastuslaitteen läpi puhalletun ilman määrää seurataan virtausmittarin H avulla.

1.3. Synteettinen jätevesi

Määrittäksessä käytetään synteettistä jätevettä. Litraan vesijohtovettä liuotetaan

- 160 mg peptonia
- 110 mg lihauutetta
- 30 mg ureaa, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$
- 7 mg natriumkloridia, NaCl
- 4 mg kalsiumkloridia, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 2 mg magnesiumsulfaattia, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- 28 mg dikaliumvetyfosfaattia, K_2HPO_4
- 10 ± 1 mg kyseistä pinta-aktiivista ainetta.

Synteettinen jätevesi valmistetaan päivittäin.

1.4. Näytteiden valmistus

Yhtä ainetta olevat pinta-aktiiviset aineet tutkitaan alkuperäisessä muodossaan. Pinta-aktiivisen aineen näytteiden aktiivisuus on määritettävä synteettisen jäteveden valmistamista varten (1.3).

1.5. Laitteen toiminta

Ilmastusastia C ja saostusastia D täytetään aluksi synteettisellä jätevedellä. Astia D asetetaan sellaiselle korkeudelle, että ilmastusastiassa C on kolme litraa nestettä. Ympäri lisätään 3 ml hyvälaatuisia biologisesti käsiteltyä jätevettä, joka on juuri otettu lähinnä kotitalousjätevesiä käsittelevästä laitoksesta. Näyte on pidettävä aerobisissa olosuhteissa näytteen ottamisen ja sen mittaustulokseen annostelun välillä. Sitten käynnistetään ilmastaja G, ilmapumppu E ja annostelupumppu B. Synteettisen jäteveden on mentävä ilmastusastian C läpi nopeudella yksi litra tunnissa, jolloin keskimääräinen viipymisaika on kolme tuntia.

Ilmastusnopeus olisi säädettävä sellaiseksi, että astian C sisältö pysyy kaiken aikaa suspensiossa ja että liuenneen hapen määrä on vähintään 2 mg/l. Vaahtoaminen täytyy estää sopivalla keinolla. Sellaisia vaahdonestoaineita, jotka ehkäisevät aktiivilietettä tai sisältävät pinta-aktiivista ainetta, ei saa käyttää. Ilmapumppu E täytyy asettaa siten, että aktiiviliete kierrätetään saostusastiasta ilmastusastiassa C jatkuvasti ja säännöllisesti. Ilmastusastian C yläosaan, saostusastian D pohjalle tai kierrätysputkistoon kerääntyvä liete täytyy saattaa takaisin kiertoon vähintään kerran päivässä harjaamalla tai muulla sopivalla keinolla. Jos liete ei laskeudu astian pohjalle, sen laskeutuvuutta voidaan parantaa lisäämällä 5 prosenttia ferrikloridiliuosta 2 ml:n erissä niin monta kertaa kuin tarvitaan.

Saostusastiasta D kerätään kahdenkymmenen neljän tunnin ajan nestettä astiaan F, minkä jälkeen sekoitetaan perusteellisesti ja otetaan näyte. Astia F on tämän jälkeen huolellisesti puhdistettava.

1.6. Mittauslaitteiston tarkastaminen

Pinta-aktiivisen aineen pitoisuus synteettisessä jätevedessä (mg/l) määritetään välittömästi ennen käyttöä.

Pinta-aktiivisen aineen pitoisuus astiaan F kahdessakymmenessä neljän tunnin kerätyssä nesteessä (mg/l) on määritettävä analyttisesti samalla menetelmällä välittömästi keräyksen loputtua; jollei näin voida tehdä, näytteet on säilytettävä hyvin, mieluiten pakastettuina. Pitoisuudet on määritettävä tarkkuudella 0,1 mg pinta-aktiivista ainetta litrassa.

Menetelmän tehokkuuden tarkastamiseksi määritetään astiaan F kerätyistä nesteistä lasikuitusuodattimella suodattamisen jälkeen sekä astiassa A olevasta synteettisestä jätevedestä suodatuksen jälkeen kemiallinen hapenkulutus (COD) tai liennut orgaaninen hiili (DOC) vähintään kaksi kertaa viikossa.

COD:n tai DOC:n pienentymisen on loputtava, kun saavutetaan suunnilleen säännöllinen päivittäinen pinta-aktiivisen aineen biologisen hajoavuuden taso kuvassa 3 esitetyn sisäanjokauden lopussa.

Ilmastussäiliössä olevan aktiivilietteen kuiva-ainepitoisuus (g/l) on määritettävä kahdesti viikossa. Jos pitoisuus on yli 2,5 g/l, ylimäärä aktiivilietettä poistetaan.

Hajoavuustesti tehdään tasaisessa huoneenlämmössä, joka on välillä 19–24 °C.

1.7. Biologisen hajoavuuden laskeminen

Pinta-aktiivisen aineen hajoamisprosentti lasketaan päivittäin synteettisessä jätevedessä ja vastaavassa astiaan F kertyneessä nesteessä olevien pinta-aktiivisen aineen pitoisuuksien (mg/l) perusteella.

Täten saadut hajoavuusarvot esitetään kuvaajan avulla kuten kuvassa 3.

Pinta-aktiivisen aineen hajoavuus on laskettava sisäänajo- ja akklimatisaatiokautta seuraavien kahdenkymmenen yhden vuorokauden aikana saatujen arvojen aritmeettisena keskiarvona, jos hajoaminen on ollut tänä aikana säännöllistä ja laitteiston toiminta ongelmaton. Missään tapauksessa sisäänajokausi ei saa olla kuutta viikkoa pidempi.

Päivittaiset hajoamisarvot lasketaan 0,1 prosentin tarkkuudella, mutta lopullinen tulos ilmoitetaan kokonaislukuna.

Joissakin tapauksissa saattaa olla hyväksyttävää vähentää näytteenottotiheyttä, mutta keskiarvoa laskettaessa on käytettävä vähintään neljäätoista tulosta, jotka on saatu sisäänajokautta seuraavien kahdenkymmenen yhden vuorokauden aikana.

2. ANIONISTEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN MÄÄRITTÄMINEN BIOLOGISEN HAJOAVUUDEN TESTEISSÄ

2.1. Periaate

Menetelmä perustuu siihen, että kationinen väriaine metyleenisininen muodostaa anionisten pinta-aktiivisten aineiden [MBAS³⁷] kanssa sinisiä suoloja, jotka voidaan uuttaa kloroformilla. Häiritsevien tekijöiden välttämiseksi uutostoiminta tehdään ensin emäksisestä liuoksesta ja uutetta ravistellaan sitten happaman metyleenisiniliuoksen kanssa. Orgaaninen faasi erotetaan ja sen absorbanssi mitataan fotometrisesti maksimaalisen absorption antavalla aallonpituudella 650 nm.

2.2. Reagenssit ja laitteet

2.2.1. Puskuriliuos pH 10

Liuotetaan 24 g natriumbikarbonaattia, NaHCO_3 analyysiä varten ja 27 g vedetöntä natriumkarbonaattia (Na_2CO_3) analyysiä varten deionisoituun veteen ja laimennetaan 1 000 ml:ksi.

2.2.2. Neutraali metyleenisiniliuos

Liuotetaan 0,35 g metyleenisinistä analyysiä varten deionisoituun veteen ja laimennetaan 1 000 ml:ksi. Liuos valmistetaan vähintään kaksikymmentäneljä tuntia ennen käyttöä. Sokeakokeena käytetyn kloroformifaasin absorbanssi mitattuna kloroformia vasten ei saa aallonpituudella 650 nm olla enempää kuin 0,015 mitattuna kyvetissä, jonka valotie on 1 cm.

³⁷ MBAS = Methylene Blue Active Substances.

2.2.3. *Hapan metyleenisiniliuos*

Liuotetaan 0,35 g metyleenisinistä analyysia varten 500 ml:aan deionisoitua vettä ja sekoitetaan 6,5 ml:an H_2SO_4 (tiheys 1,84 g/ml). Laimennetaan 1 000 ml:ksi deionisoidulla vedellä. Liuos valmistetaan vähintään kaksikymmentäneljä tuntia ennen käyttöä. Sokeakokeena käytetyn kloroformifaasin absorbanssi mitattuna kloroformia vasten ei saa aallonpituudella 650 nm olla enempää kuin 0,015 mitattuna kyvetissä, jonka valotie on 1 cm.

2.2.4. *Kloroformi (trikloorimetaani) analyysia varten, juuri tislattua*

2.2.5. *Dodekyylibentseenisulfonihapon metyyliesteri*

2.2.6. *Kaliumhydroksidin etanoliliuos, KOH 0,1 M*

2.2.7. *Etanoli, purum, C_2H_5OH*

2.2.8. *Rikkihappo, H_2SO_4 0,5 M*

2.2.9. *Fenoliftaleiiniiliuos*

Liuotetaan 1 g fenoliftaleiinia 50 ml:aan etanolia ja lisätään 50 ml deionisoitua vettä koko ajan sekoittaen. Mahdollinen sakka suodatetaan pois.

2.2.10. *Metanolin ja suolahapon seos: 250 ml suolahappoa analyysia varten ja 750 ml metanolia*

2.2.11. *Erotussuppilo, 250 ml*

2.2.12. *Mittapullo, 50 ml*

2.2.13. *Mittapullo, 500 ml*

2.2.14. *Mittapullo, 1 000 ml*

2.2.15. *Pyöreäpohjainen pullo (keittopullo) ja hiottu lasitulppa sekä palautinjäähdytin, 250 ml; kiehumakiviä*

2.2.16. *pH-mittari*

2.2.17. *Fotometri, jolla voi mitata aallonpituudella 650 nm, ja 1-5 cm kyvettejä*

2.2.18. *Kvalitatiivista suodatinpaperia*

2.3. **Menettely**

Analysoitavia näytteitä ei saa ottaa vaahtokerroksen läpi.

Analyysiin käytettävät laitteet on puhdistettava perusteellisesti vedellä ja huuhdottava metanolin ja suolahapon seoksella (2.2.10) sekä deionisoidulla vedellä ennen käyttöä.

Aktiivilietelaitokseen menevä ja sieltä tuleva tutkittava jätevesi on suodatettava heti näytteenoton yhteydessä. Ensimmäiset 100 ml suodoksista heitetään pois.

Tunnettu määrä näytettä, joka on tarvittaessa neutraloitu kaadetaan 250 ml erotussuppiloon (2.2.11). Näytteen pitäisi sisältää 20–150 µg MBAS:ää. Kun MBAS-pitoisuus on pienempi, voidaan käyttää enintään 100 ml näytettä. Jos näytettä on vähemmän kuin 100 ml, se laimennetaan 100 ml:aan deionisoidulla vedellä. Näytteeseen lisätään 10 ml puskuriliuosta (2.2.1), 5 ml neutraalia metyleenisiniliuosta (2.2.2) ja 15 ml kloroformia (2.2.4). Sekoitusta ravistellaan minuutin ajan tasaisesti, mutta ei liian voimakkaasti. Kun faasit ovat erottuneet, kloroformikerros lasketaan toiseen erotussuppiloon, jossa on 110 ml deionisoitua vettä ja 5 ml hapanta metyleenisiniliuosta (2.2.3). Seosta ravistellaan minuutin ajan. Kloroformikerros suodatetaan etukäteen puhdistetun ja kloroformilla kostutetun puuvillasuodattimen läpi mittapulloon (2.2.12).

Emäksiset ja happamat liuokset uutetaan kolme kertaa käyttäen toisessa ja kolmannessa uutoksessa 10 ml kloroformia. Kloroformiuutteet yhdistetään ja suodatetaan saman puuvillasuodattimen läpi ja täytetään merkkiin asti 50 ml:n mittapullossa (2.2.12) sillä kloroformilla, jota käytettiin puuvillasuodattimen pesuun. Kloroformiliuoksen absorbanssi mitataan fotometrillä aallonpituudella 650 nm 1-5 cm:n kyveteissä kloroformia vasten. Sokeakoetta käsitellään samalla tavalla kuin varsinaisia näytteitä.

2.4. Kalibrointikuvaaja

Kalibrointiliuos valmistetaan standardiaineesta dodekyylibentseenisulfonihapon metyyliesteristä (tetrapropyleenityyppi, molekyylipaino 340), kun se on saippuoitu kaliumsuolaksi. MBAS lasketaan natriumdodekyylibentseenisulfonaattina (molekyylipaino 348).

Punnituspipetistä punnitaan 400–500 mg dodekyylibentseenisulfonihapon metyyliesteriä (2.2.5) 0,1 mg tarkkuudella keittopulloon ja lisätään 50 ml etanolista kaliumhydroksidiliuosta (2.2.6) sekä muutama kiehumakivi. Palautinjäähdytin liitetään pulloon ja keitetään tunnin ajan. Annetaan jäähtyä, pestään jäähdytin ja hiottu lasiliitos n. 30 ml:lla etanolia ja lisätään pesuliuos pulloon. Liuos titrataan rikkihapolla fenoliftaleiinia vasten, kunnes se muuttuu värittömäksi. Liuos siirretään 1 000 ml:n mittapulloon (2.2.14), laimennetaan merkkiin asti deionisoidulla vedellä ja sekoitetaan.

Osa tästä pinta-aktiivisten aineiden kantaliuoksesta laimennetaan edelleen. Liuosta otetaan talteen 25 ml ja se siirretään 500 ml:n mittapulloon (2.2.13), laimennetaan merkkiin saakka deionisoidulla vedellä ja sekoitetaan.

Tämä standardiliuos sisältää

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

jossa E on näytteen paino milligrammoina.

Kalibrointikuvaaja tehdään ottamalla standardiliuoksesta 1, 2, 4, 6 ja 8 ml:n annokset ja laimentamalla kukin 100 ml:ksi deionisoidulla vedellä. Jatketaan kohdassa 2.3 esitetyn mukaisesti, mukaan luettuna sokeakoe.

2.5. Tulosten laskeminen

Näytteessä olevien anionisten pinta-aktiivisten aineiden (MBAS) määrä luetaan kalibrointikuvaajalta (2.4). Näytteen MBAS-pitoisuus voidaan laskea yhtälöstä

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

jossa V = käytetyn näytteen tilavuus (ml).

Tulokset ilmoitetaan natriumdodekyylibentseenisulfonaattina (molekyylipaino 348).

2.6. Tulosten ilmoittaminen

Tulokset ilmoitetaan muodossa MBAS mg/l 0,1:n tarkkuudella.

3. IONITTOMIEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN MÄÄRITTÄMINEN BIOLOGISEN HAJOAVUUDEN TESTILIUOKSISSE

3.1 Periaate

Pinta-aktiiviset aineet konsentroidaan ja uutetaan kaasuvirtauksen avulla. Näytteessä olevan ionittoman pinta-aktiivisen aineen määrän pitäisi olla välillä 250–800 µg.

Kaasun avulla uutettu pinta-aktiivinen aine liuotetaan etyyliasetaattiin.

Kun faasit ovat erottuneet ja liuotin haihdutettu, ioniton pinta-aktiivinen aine saostetaan vesiliuoksesta modifioidulla Dragendorffin reagenssilla ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{jäätikka}$).

Sakka suodatetaan, pestään jäätikalla ja liuotetaan ammoniumtartraattiliuokseen. Liuoksessa oleva vismutti titrataan potentiometrisesti pyrrolidiiniditiokarbamaattiliuoksella pH:ssa 4-5 käyttämällä indikaattorina kirkasta platinaelektrodia ja referenssinä kalomeli- tai hopea/hopeakloridielektrodia. Menetelmä soveltuu 6–30 alkyleenioksidiryhmää sisältäville ionittomille pinta-aktiivisille aineille.

Titraustulos kerrotaan kokeellisesti määritetyllä tekijällä 54, jolla se muunnetaan referenssiaineeksi nonyylifenoli, joka on kondensoitu 10 moolin kanssa etyleenioksidia (NP 10).

3.2. Reagenssit ja laitteet

Reagenssit tehdään deionisoituun veteen.

3.2.1. *Puhdas juuri tislattu etyyliasetaatti*

3.2.2. *Natriumbikarbonaatti (NaHCO_3) analyysia varten*

3.2.3. *Laimea suolahappo (20 ml väkevää happoa (HCl) laimennettuna vedellä 1 000 ml:an)*

3.2.4. *Metanoli analyysia varten, juuri tislattu, säilytetään lasipullossa.*

3.2.5. *Bromokresolipurppura, 0,1 g 100 ml:ssa metanolia.*

3.2.6. *Saostusreagenssi: saostusreagenssi sekoitetaan kahdesta tilavuusosasta liuosta A ja yhdestä tilavuusosasta liuosta B. Seos säilytetään ruskeassa pullossa ja se on sekoituksen jälkeen käyttökelpoista viikon ajan.*

3.2.6.1. Liuos A

Liuotetaan 1,7 g vismuttinitraattia $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ analyysia varten 20 ml:an jääetikkaa ja laimennetaan vedellä 100 ml:an. Sitten liuotetaan 65 g kaliumjodidia analyysiä varten 200 ml:an vettä. Nämä kaksi liuosta sekoitetaan 1 000 ml:n mittapullossa, lisätään 200 ml jääetikkaa (3.2.7) ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:an.

3.2.6.2. Liuos B

Liuotetaan 290 g bariumkloridia, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ analyysia varten, 1 000 ml:an vettä.

3.2.7. *Jääetikka, 99–100 prosenttinen (laimeampi ei sovellu)*

3.2.8. *Ammoniumtartraattiliuos: 12,4 g viinihappoa analyysia varten ja 12,4 ml ammoniakkiliuosta analyysia varten (tiheys 0,910 g/ml) sekoitetaan ja laimennetaan 1 000 ml:an vedellä (tai käytetään vastaavaa määrää ammoniumtartraattia analyysia varten).*

3.2.9. *Laimea ammoniakkiliuos: 40 ml ammoniakkiliuosta analyysia varten (tiheys 0,910 g/ml) laimennettuna vedellä 1 000 ml:an.*

3.2.10. *Standardi asetaattipuskuri: 40 g kiinteää natriumhydroksidia analyysia varten liuotetaan 500 ml:an vettä dekanterilasissa ja annetaan jäähtyä. Lisätään 120 ml jääetikkaa (3.2.7). Sekoitetaan perusteellisesti, annetaan jäähtyä ja siirretään 1 000 ml:n mittapulloon. Laimennetaan vedellä merkkiin saakka.*

3.2.11. *Pyrrolidiiniditiokarbamaattiliuos (tunnetaan nimellä "karbaattiliuos"): 103 mg natriumpyrrolidiiniditiokarbamaattia ($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), liuotetaan noin 500 ml:an vettä, lisätään 10 ml n-amyylialkoholia analyysia varten ja 0,5 g NaHCO_3 analyysia varten ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:an.*

3.2.12. *Kuparisulfaattiliuos (3.2.11:n vakioimiseen).*

KANTALIUOS

Sekoitetaan 1 249 g kuparisulfaattia, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ analyysia varten, ja 50 ml 0,5 M rikkihappoa ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:an.

STANDARDILIUOS

Sekoitetaan 50 ml kantaliuosta ja 10 ml 0,5 M H_2SO_4 ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:an saakka.

3.2.13. *Natriumkloridi analyysia varten*

3.2.14. *Kaasu-uuttolaite (ks. kuva 5)*

Sintterilevyn halkaisijan täytyy olla yhtä suuri kuin sylinterin sisähalkaisija.

3.2.15. *Erotussuppilo, 250 ml*

- 3.2.16. *Magneettisekoittaja ja 25–30 mm magneettisekoitussauva*
- 3.2.17. *Goochin upokas, reikälevyn halkaisija = 25 mm, tyyppi G4*
- 3.2.18. *Pyöreitä lasikuitusuodatinpapereita, halkaisija 27 mm ja huokoskoko 0,3–1,5 µm*
- 3.2.19. *Kaksi suodatinpulloa, adapterit ja kumikaulukset, 500 ja 250 ml*
- 3.2.20. *Piirturilla varustettu potentiometri, jossa on kirkas platina-indikaattorielektrodi ja kalomeli tai hopea/hopeakloridi-referenssielektrodi, alue 250 mV, sekä 20–25 ml:n automaattibyretti, tai vaihtoehtoisesti käsikäyttöinen laitteisto.*

3.3. Menettely

3.3.1. Pinta-aktiivisen aineen konsentroidi ja erotus

Vesiliuoksena oleva näyte suodatetaan kvalitatiivisen suodatinpaperin läpi. Ensimmäiset 100 ml suodosta heitetään pois.

Mitattu määrä näytettä, joka sisältää 250–800 µg ionitonta pinta-aktiivista ainetta, pannaan kaasuuutoslaitteeseen, joka on ensin huuhdeltu etyyliasetaatilla.

Erotuksen tehostamiseksi lisätään 100 g natriumkloridia ja 5 g natriumbikarbonaattia.

Jos näytettä on enemmän kuin 500 ml, nämä suolat lisätään uuttolaitteeseen kiinteässä muodossa ja liuotetaan kuplittamalla liuoksen läpi typpeä tai ilmaa.

Jos näyte on pienempi, suolat liuotetaan 400 ml:an vettä ja lisätään sitten uuttolaitteeseen.

Lisätään vettä ylempään tulppaan asti.

Lisätään varovasti 100 ml etyyliasetaattia veden päälle.

Täytetään kaasulinjassa (typpi tai ilma) olevasta pesupullostakaksi kolmasosa etyyliasetaatilla.

Laitteen läpi kuplitetaan kaasua nopeudella 30–60 l/t mieluiten virtausmittaria käyttäen. Ilmastusnopeutta täytyy lisätä alussa asteittain. Kaasun virtausnopeus täytyy säätää siten, että faasit pysyvät selvästi erillään, jolloin minimoidaan faasien sekoittuminen ja etyyliasetaatin liukeneminen veteen. Kaasun virtaus katkaistaan viiden minuutin kuluttua.

Jos orgaanisen faasin tilavuus on pienentynyt yli 20 prosenttia veteen liukenemisen takia, uutto täytyy uusua ja kiinnittää erityistä huomiota kaasun virtausnopeuteen.

Orgaaninen faasi siirretään erotussuppiloon. Jos erotussuppiloon tulee vesifaasia, sitä pitäisi tulla vain pari millilitraa ja se pannaan takaisin uuttolaitteeseen. Etyyliasetaattifaasi suodatetaan kuivan kvalitatiivisen suodatinpaperin läpi 250 ml dekanterilasiiin.

Uuttolaitteeseen pannaan vielä 100 ml etyyliasetaattia ja kuplitetaan läpi typpeä tai ilmaa viisi minuuttia. Orgaaninen faasi siirretään samaan erotussuppiloon kuin ensimmäisessä erotuksessa, vesifaasi pannaan pois ja orgaaninen faasi suodatetaan saman suodatinpaperin läpi kuin ensimmäinen etyyliasetaattiuutos. Sekä erotussuppilo että suodatin huuhdotaan noin 20 ml:lla etyyliasetaattia.

Etyyliasetattiute haihdutetaan kuiviin vesihauteessa (vetokaapissa). Liuoksen pinnan yli johdetaan heikko ilmavirta haihtumisen nopeuttamiseksi.

3.3.2. *Saostus ja suodatus*

Kuiva jäännös kohdasta 3.3.1 liuotetaan 5 ml:an metanolia, lisätään 40 ml vettä ja 0,5 ml laimeaa suolahappoa (3.2.3) ja sekoitetaan magneettisekoittajalla.

Tähän liuokseen lisätään 30 ml saostusreagenssia (3.2.6) mittalasista. Sakka laskeutuu, kun on sekoitettu useita kertoja. Seosta sekoitetaan kymmenen minuuttia ja annetaan sen jälkeen seistä vähintään viisi minuuttia.

Seos suodatetaan Goochin upokkaan läpi, jonka pohjalla on lasikuitusuodatinpaperi. Suodatin pestään ensin noin 2 ml:lla jäätikkoa ja käytetään imua. Sitten pestään dekanterilasi, magneettisekoitussauva ja upokas jäätikalla, jota tarvitaan noin 40–50 ml. Dekanterin laitoihin tarttunutta sakkaa ei tarvitse siirtää kvantitatiivisesti suodattimeen, koska titrausta varten sakka liuotetaan ja pannaan takaisin saostusastiaan, jolloin myös jäljellä oleva sakka liukenee.

3.3.3. *Sakan liuotus*

Suodatinupokkaassa oleva sakka liuotetaan lisäämällä kuumaa ammoniumtartraattiliuosta (noin 80 °C) (3.2.8) kolme kertaa 10 ml:n erissä. Kunkin erän annetaan olla upokkaassa muutama minuutti ennen kuin se imetään suodattimen läpi pulloon.

Suodatinpullon sisältö kaadetaan saostuksessa käytettyyn dekanterilasiin. Lasin laidat huuhdotaan vielä 20 ml:lla tartraattiliuosta lopun sakan liuottamiseksi.

Upokas, adapteri ja suodatinpullo pestään huolellisesti 150–200 ml:lla vettä ja huuhteluvesi kaadetaan saostusastiaan.

3.3.4 *Titraus*

Liuosta sekoitetaan magneettisekoittajalla (3.2.16), lisätään pari tippaa bromokresolipurppuraa (3.2.5) ja lisätään laimeaa ammoniakkiliuosta (3.2.9), kunnes väri muuttuu violetiksi (liuos on heikosti hapan huuhtomiseen käytetyn etikkahapon jäänteistä).

Sitten lisätään 10 ml standardiasetaattipuskuria (3.2.10), elektrodit upotetaan liuokseen ja titrataan potentiometrisesti normaalilla "karbaattiliuksella" (3.2.11). Byretin kärjen täytyy olla upotettuna liuokseen.

Titrausnopeus ei saa olla suurempi kuin 2 ml/min.

Loppupiste on potentiaalikuvaajan kahden osan tangenttien leikkauspiste. Joskus voidaan havaita potentiaalikuvaajan taitekohdan loivenevan; tämä voidaan korjata puhdistamalla platinaelektrodi huolellisesti (kiillottamalla hiomapaperilla).

3.3.5. *Sokeakokeet*

Sokeakokeet suoritetaan samalla tavalla käyttäen 5 ml metanolia ja 40 ml vettä kohdassa 3.3.2 annettujen ohjeiden mukaisesti. Sokeamäärityksen titrauksen olisi oltava alle 1 ml, muuten reagenssien (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10) puhtaus on epävarma (erityisesti raskasmetallien osalta), ja ne täytyy vaihtaa. Sokeamääritys täytyy ottaa huomioon tuloksia laskettaessa.

3.3.6. "Karbaattiliuoksen" kertoimen tarkastaminen

Karbaattiliuoksen kerroin määritetään sen käyttöpäivänä. Tätä varten titrataan 10 ml kuparisulfaattiliuosta (3.2.12) karbaattiliuoksella sen jälkeen kun on lisätty 100 ml vettä ja 10 ml standardiasetaattipuskuria (3.2.10). Jos käytetty määrä on a ml, kerroin f on

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

ja kaikki titraustulokset kerrotaan tällä tekijällä.

3.4. Tulosten laskeminen

Kullakin ionittomalla pinta-aktiivisella aineella on oma kertoimensa, joka riippuu sen koostumuksesta, erityisesti alkeenioksidiketjun pituudesta. Ionittoman pinta-aktiivisen aineen konsentraatio ilmaistaan suhteessa standardiaineeseen, joka on nonyylifenoli, jossa on kymmenen etyleenioksidiryhettä (NP 10), ja jonka muunnoskerroin on 0,054.

Käyttäen tätä kerrointa näytteessä olevan pinta-aktiivisen aineen määrä ilmoitetaan mg:nä NP 10-ekvivalenttia seuraavasti:

$$(b - c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg ionitonta pinta-aktiivista ainetta ilmaistuna NP 10:nä,}$$

jossa

b = näytteen kuluttaman "karbaattiliuoksen" määrä (ml),

c = sokeamäärityksen kuluttaman "karbaattiliuoksen" määrä (ml),

f = "karbaattiliuoksen" kerroin.

3.5 Tulosten ilmoittaminen

Tulokset ilmoitetaan yksikkönä mg/l NP 10:nä tarkkuudella 0,1.

4. TUTKITTAVIEN ANIONISTEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN ESİKÄSITTELY

4.1. Alustavia huomautuksia

4.1.1. Näytteiden esikäsittely

Anioniset pinta-aktiiviset aineet ja useista kemikaaleista koostuvat detergentit käsitellään seuraavasti ennen kuin primaarinen biologinen hajoavuus määritetään varmistustestillä:

TUOTTEET	KÄSITTELY
Anioniset pinta-aktiiviset aineet	Ei mitään
Useista kemikaaleista koostuvat detergentit	Alkoholiliutto ja anionisten pinta-aktiivisten aineiden eristäminen ioninvaihdolla

Alkoholiliutun tarkoitus on poistaa kaupan olevasta tuotteesta liukenemattomat ja epäorgaaniset ainesosat, jotka saattaisivat joissakin olosuhteissa häiritä biologisen hajoavuuden mittausta.

4.1.2. Ioninvaihto

Anioniset pinta-aktiiviset aineet on eristettävä ja erotettava saippuoista, ionittomista ja kationisista pinta-aktiivisista aineista, jotta biologisen hajoavuuden mittaukset olisivat luotettavia.

Tämä tehdään ioninvaihdolla käyttäen makrohuokoista ioninvaihtohartsia ja sopivia eluentteja asteittaista eluointia varten. Siten saippuat, anioniset ja ionittomat pinta-aktiiviset aineet voidaan erottaa yhdellä menetelmällä.

4.1.3. Analyttinen kontrolli

Homogenisoinnin jälkeen anionisten pinta-aktiivisten aineiden pitoisuus synteettisessä detergentissä määritetään MBAS-analyysimenetelmän mukaisesti. Saippuapitoisuus määritetään sopivalla analyysimenetelmällä. Tämä tuotteiden analysointi on välttämätöntä, jotta voidaan laskea tarvittavat ainemäärät biologisen hajoavuuden mittausta varten.

Kvantitatiivinen uutto ei ole välttämätöntä, mutta vähintään 80 prosenttia anionisista pinta-aktiivisista aineista pitäisi saada uutetuksi. Tavallisesti saadaan talteen vähintään 90 prosenttia.

4.2. Periaate

Homogeenisesta näytteestä (jauheista, kuivatuuista tahnoista tai kuiviin haihdutetuista nesteistä) tehdään etanoliuutos, joka sisältää synteettisen detergentinäytteen pinta-aktiiviset aineet, saippuat ja muut alkoholiliukoiset ainesosat.

Etanoliute haihdutetaan kuiviin, liuotetaan isopropanoli-vesiseokseen ja liuos ajetaan voimakkaasti happaman kationinvaihtajan ja makrohuokoisen anioninvaihtajan yhdistelmän läpi lämpötilassa (50 °C). Tämä lämpötila on välttämätön, jotta happamassa liuoksessa mahdollisesti olevat rasvahapot eivät saostu.

Ionittomat pinta-aktiiviset aineet jäävät ulostulevaan nesteeseen.

Saippuoiden rasvahapot erotetaan uuttamalla hiilidioksidia sisältävällä etanolilla. Anioniset pinta-aktiiviset aineet saadaan sen jälkeen ammoniumsuoloina eluoimalla ammoniumbikarbonaattia sisältävällä isopropanoli-vesiseoksella. Näitä ammoniumsuoloja käytetään hajoamistestissä.

Kationiset pinta-aktiiviset aineet, jotka saattaisivat häiritä biologisen hajoavuuden mittaamista ja analyysimenetelmää, poistetaan anioninvaihtajan yläpuolelle sijoitetulla kationinvaihtajalla.

4.3. Kemikaalit ja laitteet

4.3.1. Deionisoitu vesi

4.3.2. Etanoli, 95-prosenttinen (tilavuus-%) C_2H_5OH (sallittu denaturointiaine: metyylietyyliketoni tai metanoli)

4.3.3. Isopropanolin ja veden seos (tilavuussuhde 50/50):

– 50 tilavuusosaa isopropanolia, $CH_3CHOH.CH_3$, ja

– 50 tilavuusosaa vettä (4.3.1)

4.3.4. *Hiilidioksidilla kyllästetty etanoli (n. 0,1 % CO₂): hiilidioksidia (CO₂) kuplitetaan putken kautta, jossa on sisäänrakennettu sintteri, etanoliin (4.3.2) kymmenen minuutin ajan. Käytetään vain juuri valmistettuja liuoksia.*

4.3.5. *Ammoniumbikarbonaattiliuos (tilavuussuhde 60/40): 0,3 mol NH₄HCO₃ 1 000 ml:ssa isopropanolin ja veden liuosta, jossa on 60 tilavuusyksikköä isopropanolia ja 40 tilavuusyksikköä vettä (4.3.1)*

4.3.6. *Kationinvaihtaja (KAT), voimakkaasti hapan, alkoholia kestävä (seulamitta 50-100)*

4.3.7. *Anioninvaihtaja (AAT), makrohuokoinen, Merck Lewatit MP 7080 (seulamitta 70-150) tai vastaava*

4.3.8. *Suolahappo, 10 % HCl (paino-%)*

4.3.9. *2 000 ml:n pyöreäpohjainen pullo ja hiottu lasitulppa sekä tislauskolonni*

4.3.10. *Imulla toimiva 90 mm halkaisijaltaan oleva imusuodatin (kuumennusta kestävä) suodatinpapereita varten*

4.3.11. *2 000 ml:n suodatinpullo*

4.3.12. *Ioninvaihtokolonneja, joissa on kuumennusvaippa ja hana: sisäputken halkaisija 60 mm ja korkeus 450 mm (ks. kuva 4)*

4.3.13. *Vesihaude*

4.3.14. *Vakuumikuivausuuni*

4.3.15. *Termostaatti*

4.3.16. *Pyöröhaihduttaja*

4.4. Uutteen valmistaminen ja anionisten aktiivisten aineiden erottaminen

4.4.1. Uutteen valmistaminen

Biologisen hajoavuuden mittaamiseen tarvitaan noin 50:tä g:aa MBAS:ää vastaava määrä pinta-aktiivisia aineita.

Yleensä uutettavan valmisteen määrä on vähemmän kuin 1 000 g, mutta voi olla tarpeen uuttaa suurempikin määrä näytettä. Käytännön syistä valmisteen määrä pitäisi useimmissa tapauksissa rajoittaa 5 000 g:aan valmistettaessa utteita biologisen hajoavuuden mittaamista varten.

Kokemus on osoittanut, että on parempi tehdä useita pieniä uuttoa kuin yksi iso. Ohjeessa ilmoitetut ioninvaihtohartsien määrät riittävät käsittelemään 600–700 mmol pinta-aktiivisia aineita ja saippuoita.

4.4.2. Alkoholiliukoisten ainesosien erottaminen

Lisätään 250 g analysoitavaa synteettistä detergenttiä 1 250 ml:an etanolia, seos kuumennetaan kiehumispisteeseen ja refluksoidaan tunnin ajan sekoittaen. Kuuma alkoholiliuos suodatetaan nopeasti lämpötilaan 50 °C kuumennetun suurihuokoisen imusuodattimen läpi. Pullo ja suppilo huuhdotaan noin 200 ml:lla kuumaa etanolia. Suodos ja huuhteluliuos kerätään suodatinpulloon.

Jos analysoidaan tahnoja tai nestemäisiä valmisteita, on varmistettava, ettei näytteessä ole enempää kuin 55 g anionisia pinta-aktiivisia aineita eikä enempää kuin 35 g saippuota. Näyte punnitaan ja haihdutetaan kuiviin. Jäännös liuotetaan 2000 ml:aan etanolia ja jatketaan kuten edellä esitetään.

Jos kyseessä on hyvin kevyt jauhe (tiheys < 300 g/l), suositellaan etanolin suhteellista osuutta nostettavaksi arvoon 20:1. Etanolisuodos haihdutetaan täysin kuiviin, mieluiten pyöröhaihduttajalla. Käsittely toistetaan, jos uutetta tarvitaan enemmän. Jäännös liuotetaan 5 000 ml:an isopropanolin ja veden seosta.

4.4.3. Ioninvaihtokolonniin valmistus

KATIONINVAIHTOKOLONNI

Asetetaan 3 000 ml dekantterilasiin 600 ml kationinvaihtohartsia (4.3.6) ja lisätään päälle 2 000 ml suolahappoa (4.3.8). Annetaan seistä vähintään kaksi tuntia ja sekoitetaan muutamia kertoja. Happo dekantoidaan ja hartsi kaadetaan kolonniin (4.3.12) deionisoidun veden kanssa. Kolonnissa pitää olla lasivillatuppo. Kolonnia pestään deionisoidulla vedellä 10–30 ml/min, kunnes eluaatissa ei ole kloridia. Kolonnin läpi ajetaan 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (4.3.3) 10–30 ml/min. Ioninvaihtokolonne on sen jälkeen valmis käytettäväksi.

ANIONINVAIHTOKOLONNI

Asetetaan 3 000 ml:n dekantterilasiin 600 ml anioninvaihtohartsia (4.3.7) ja lisätään päälle 2 000 ml deionisoitua vettä. Hartsin annetaan turvota vähintään kaksi tuntia. Hartsi kaadetaan kolonniin deionisoidun veden kanssa. Kolonnissa pitää olla lasivillatuppo.

Kolonnia pestään 0,3 M ammoniumbikarbonaattiliuoksella (4.3.5), kunnes siinä ei ole kloridia. Tähän tarvitaan noin 5 000 ml liuosta. Pestään jälleen 2 000 ml:lla deionisoitua vettä. Kolonnin läpi ajetaan 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (4.3.3) 10–30 ml/min. Ioninvaihtokolonne on tämän jälkeen OH-muodossa ja valmis käytettäväksi.

4.4.4. Ioninvaihto

Ioninvaihtokolonnit liitetään toisiinsa siten, että kationinvaihtokolonne on anioninvaihtokolonnin yläpuolella. Kolonnit kuumennetaan lämpötilaan 50 °C termostaattia käyttäen. Kuumennetaan 5 000 ml kohdassa 4.4.2 saatua liuosta lämpötilaan 60 °C ja ajetaan liuos ioninvaihtajayhdistelmän läpi nopeudella 20 ml/min. Kolonnit pestään 1 000 ml:lla kuumaa isopropanolin ja veden seosta (4.3.3).

Anionisten pinta-aktiivisten aineiden (MBAS) talteen ottamiseksi irrotetaan KAT-kolonne. Saippuoiden rasvahapot eluoidaan KAT-kolonnist 5 000 ml:lla etanoli-CO₂-liuosta, jonka lämpötila on 50 °C (4.3.4). Eluaatti heitetään pois.

Tämän jälkeen MBAS eluoidaan AAT-kolonnista 5 000 ml:lla ammoniumbikarbonaattiliuosta (4.3.5). Eluaatti haihdutetaan kuiviin kiehuvaan vesihauteeseen tai pyöröhaihduttajassa. Jäännöksessä on MBAS (ammoniumsulfaatti) sekä mahdollisesti muita anioneja kuin pinta-aktiivisia aineita, jotka eivät häiritse biologisen hajoavuuden mittaamista. Jäännökseen lisätään deionisoitua vettä tunnettuun tilavuuteen asti ja siitä otetusta näytteestä määritetään MBAS-pitoisuus. Liuosta käytetään synteettisten anionisten detergenttien standardiliuoksena biologisen hajoavuuden mittauksessa. Liuos on säilytettävä alle 5 °C:n lämpötilassa.

4.4.5. Ioninvaihtohartsien regenerointi

Kationinvaihtaja heitetään käytön jälkeen pois.

Anioninvaihtohartsi regeneroidaan ajamalla kolonnista läpi lisää ammoniumbikarbonaattiliuosta (4.3.5) noin 10 ml/min, kunnes eluaatissa ei ole enää anionisia pinta-aktiivisia aineita (metyleenisinikoe). Tämän jälkeen anioninvaihtaja pestään ajamalla kolonnista läpi 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (4.3.3). Anioninvaihtaja on jälleen käyttövalmis.

5. TESTATTAVIEN IONITTOMIEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN ESIKÄSITTELY

5.1. Alustavia huomautuksia

5.1.1 Näytteiden esikäsittely

Ionittomat pinta-aktiiviset aineet ja useista kemikaaleista koostuvat detergentit käsitellään seuraavasti ennen kuin primaarinen biologinen hajoavuus määritetään varmistustestillä:

TUOTTEET	KÄSITTELYT
Ionittomat pinta-aktiiviset aineet	Ei mitään
Useista kemikaaleista koostuvat detergentit	Alkoholiuutto ja ionittomien pinta-aktiivisten aineiden eristäminen ioninvaihdolla

Alkoholiuuton tarkoitus on poistaa kaupan olevasta tuotteesta liukenemattomat ja epäorgaaniset ainesosat, jotka saattaisivat joissakin olosuhteissa häiritä biologisen hajoavuuden mittausta.

5.1.2. Ioninvaihto

Ionittomat pinta-aktiiviset aineet on eristettävä ja erotettava saippuoista, anionisista ja kationisista pinta-aktiivisista aineista, jotta biologisen hajoavuuden mittaukset olisivat luotettavia.

Tämä tehdään ioninvaihdolla käyttäen makrohuokoista ioninvaihtohartsia ja sopivia eluentteja asteittaista eluointia varten. Siten saippuat, anioniset ja ionittomat pinta-aktiiviset aineet voidaan erottaa yhdellä menetelmällä.

5.1.3. Analyttinen kontrolli

Homogenisoinnin jälkeen anionisten ja ionittomien pinta-aktiivisten aineiden pitoisuus detergentissa määritetään MBAS- ja BiAS-analyysimenetelmän mukaisesti. Saippuapitoisuus määritetään sopivalla analyysimenetelmällä.

Tämä tuotteiden analysointi on välttämätöntä, jotta voidaan laskea tarvittavat ainemäärät biologisen hajoavuuden mittausta varten.

Kvantitatiivinen uutto ei ole välttämätöntä; kuitenkin vähintään 80 prosenttia ionittomista pinta-aktiivisista aineista pitäisi saada uutetuksi. Tavallisesti saadaan talteen vähintään 90 prosenttia.

5.2. Periaate

Homogeenisesta näytteestä (jauheista, kuivatuista tahnoista tai kuiviin haihdutetuista nesteistä) tehdään etanoliuutos, joka sisältää detergenttinäytteen pinta-aktiiviset aineet, saippuat ja muut alkoholiliukoiset ainesosat.

Etanoliuute haihdutetaan kuiviin, liuotetaan isopropanoli-vesiseokseen ja liuos ajetaan voimakkaasti happaman kationinvaihtajan ja makrohuokaisen anioninvaihtajan yhdistelmän läpi lämpötilassa (50 °C). Tämä lämpötila on välttämätön, jotta happamassa liuoksessa mahdollisesti olevat rasvahapot eivät saostu. Ionittomat pinta-aktiiviset aineet saadaan talteen kolonnista tulevasta nesteestä haihduttamalla.

Kationiset pinta-aktiiviset aineet, jotka saattaisivat häiritä biologisen hajoavuuden mittaamista ja analyysimenetelmää, poistetaan anioninvaihtajan yläpuolelle sijoitetulla kationinvaihtajalla.

5.3. Kemikaalit ja laitteet

5.3.1. Deionisoitu vesi

5.3.2. Etanoli, 95-prosenttinen (tilavuus-%) C_2H_5OH (sallittu denaturointiaine: metyylietyyliketoni tai metanoli)

5.3.3. Isopropanolin ja veden seos (tilavuussuhde 50/50):

- 50 tilavuusosaa isopropanolia, $CH_3CHOH.CH_3$, ja
- 50 tilavuusosaa vettä (5.3.1)

5.3.4. Ammoniumbikarbonaattiliuos (tilavuussuhde 60/40):

0,3 mol NH_4HCO_3 1 000 ml:ssa isopropanolin ja veden liuosta, jossa on 60 tilavuusyksikköä isopropanolia ja 40 tilavuusyksikköä vettä (5.3.1)

5.3.5. Kationinvaihtaja (KAT), voimakkaasti hapan, alkoholia kestävä (seulamitta 50-100)

5.3.6. Anioninvaihtaja (AAT), makrohuokoinen, Merck Lewatit MP 7080 (seulamitta 70-150) tai vastaava

5.3.7. Suolahappo, 10 % HCl (paino-%)

5.3.8. 2 000 ml:n pyöreäpohjainen pullo ja hiottu lasitulppa sekä tislauskolonni

5.3.9. Imulla toimiva 90 mm halkaisijaltaan oleva imusuodatin (kuumennusta kestävä) suodatinpapereita varten

5.3.10. 2 000 ml:n suodatinpullo

5.3.11. *Ioninvaihtokolonneja, joissa on kuumennusvaippa ja hana: sisäputken halkaisija 60 mm ja korkeus 450 mm (ks. kuva 4)*

5.3.12. *Vesihaude*

5.3.13. *Vakuumikuivausuuni*

5.3.14. *Termostaatti*

5.3.15. *Pyöröhaihduttaja*

5.4. Uutteen valmistus ja ionittomien aktiivisten aineiden erotus

5.4.1. Uutteen valmistaminen

Biologisen hajoavuuden mittaamiseen tarvitaan noin 25:tä g:aa BiAS:ää vastaava määrä pinta-aktiivista ainetta.

Käytettävän tuotteen määrä pitäisi rajoittaa korkeintaan 2 000:een g:aan valmistettaessa uutteita hajoamiskokeita varten. Siksi voi olla tarpeen tehdä uutto kahdesti tai useammin, jotta saadaan tarpeeksi ainetta hajoamiskokeisiin. Kokemus on osoittanut, että on parempi tehdä useita pieniä uuttoja kuin yksi iso.

5.4.2. Alkoholiliukoisten ainesosien erottaminen

Lisätään 250 g analysoitavaa synteettistä detergenttiä 1 250 ml:aan etanolia, seos kuumennetaan kiehumispisteeseen ja refluksoidaan tunti sekoittaen. Kuuma alkoholiliuos suodatetaan nopeasti lämpötilaan 50 °C kuumennetun suurihuokoisen imusuodattimen läpi. Pullo ja suppilo huuhdotaan noin 200 ml:lla kuumaa etanolia. Suodos ja huuhteluliuos kerätään suodatinpulloon.

Jos analysoidaan tahnoja tai nestemäisiä valmisteita, on varmistettava, ettei näytteessä ole enempää kuin 25 g anionisia pinta-aktiivisia aineita eikä enempää kuin 35 g saippuoita. Näyte punnitaan ja haihdutetaan kuiviin. Jäännös liuotetaan 500 ml:aan etanolia ja jatketaan kuten edellä esitetään.

Jos kyseessä on hyvin kevyt jauhe (tiheys < 300 g/l), suositellaan etanolin suhteellista osuutta nostettavaksi arvoon 20:1.

Etanolisuodos haihdutetaan täysin kuiviin, mieluiten pyöröhaihduttajalla. Käsittely toistetaan, jos uutetta tarvitaan enemmän. Jäännös liuotetaan 5 000 ml:an isopropanolin ja veden seosta.

5.4.3 Ioninvaihtokolonniin valmistus

KATIONINVAIHTOKOLONNI

Asetetaan 3 000 ml dekantterilasiin 600 ml kationinvaihtohartsia (5.3.5) ja lisätään päälle 2 000 ml suolahappoa (5.3.7). Annetaan seistä vähintään kaksi tuntia ja sekoitetaan muutamia kertoja. Happo dekantoidaan ja hartsi kaadetaan kolonniin (5.3.11) deionisoidun veden kanssa. Kolonnissa pitää olla lasivillatuppo. Kolonnia pestään deionisoidulla vedellä 10–30 ml/min, kunnes eluaatissa ei ole kloridia. Kolonnin läpi ajetaan 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (5.3.3) 10–30 ml/min. Tämän jälkeen kolonni on käyttövalmis.

Dekantterilasiin pannaan 600 ml anioninvaihtohartsia (5.3.6) ja lisätään päälle 2 000 ml deionisoitua vettä. Hartsin annetaan turvota vähintään kaksi tuntia. Hartsikaadetaan kolonniin deionisoidun veden kanssa. Kolonnissa pitää olla lasivillatuppo.

Kolonnia pestään 0,3 M ammoniumbikarbonaattiliuoksella (5.3.4), kunnes siinä ei ole kloridia. Tähän tarvitaan noin 5 000 ml liuosta. Pestään jälleen 2 000 ml:lla deionisoitua vettä. Kolonnin läpi ajetaan 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (5.3.3) nopeudella 10–30 ml/min. Ioninvaihtokolonne on tämän jälkeen OH-muodossa ja valmis käytettäväksi.

5.4.4. Ioninvaihto

Ioninvaihtokolonnit liitetään toisiinsa siten, että kationinvaihtokolonne on anioninvaihtokolonnin yläpuolella. Kolonnit kuumennetaan lämpötilaan 50 °C termostaattia käyttäen. Kuumennetaan 5 000 ml kohdassa 5.4.2 saatua liuosta lämpötilaan 60 °C ja ajetaan liuos ioninvaihtajayhdistelmän läpi nopeudella 20 ml/min. Kolonnit pestään 1 000 ml:lla kuumaa isopropanolin ja veden seosta (5.3.3).

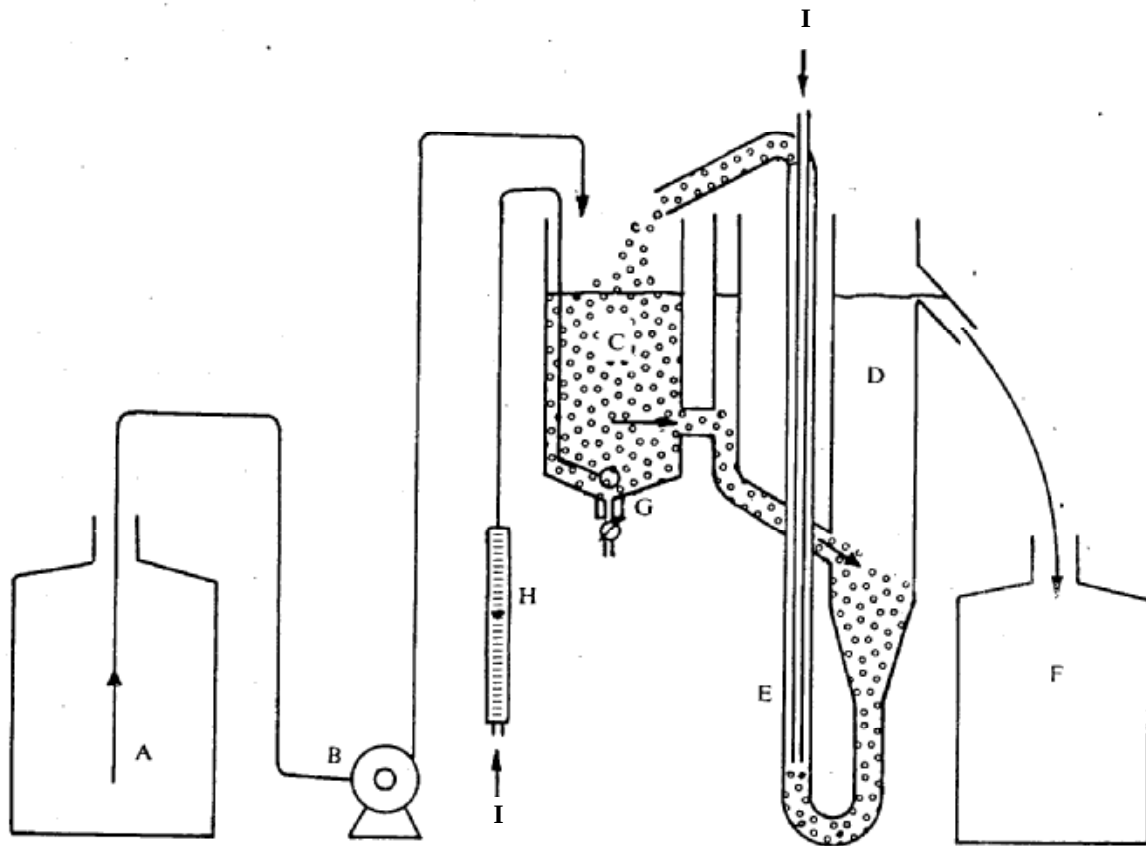
Ionittomien pinta-aktiivisten aineiden talteen saamiseksi suodos ja huuhtelunesteet kerätään talteen ja haihdutetaan kuiviin mieluiten pyöröhaihduttajalla. BiAS on jäännöksessä. Jäännökseen lisätään deionisoitua vettä tunnettuun tilavuuteen asti ja siitä otetusta näytteestä määritetään BiAS-pitoisuus. Liuosta käytetään synteettisten ionittomien pinta-aktiivisten aineiden standardiliuoksena hajoamiskokeessa. Liuos on säilytettävä alle 5 °C:n lämpötilassa.

5.4.5. Ioninvaihtohartsien regenerointi

Kationinvaihtaja heitetään käytön jälkeen pois.

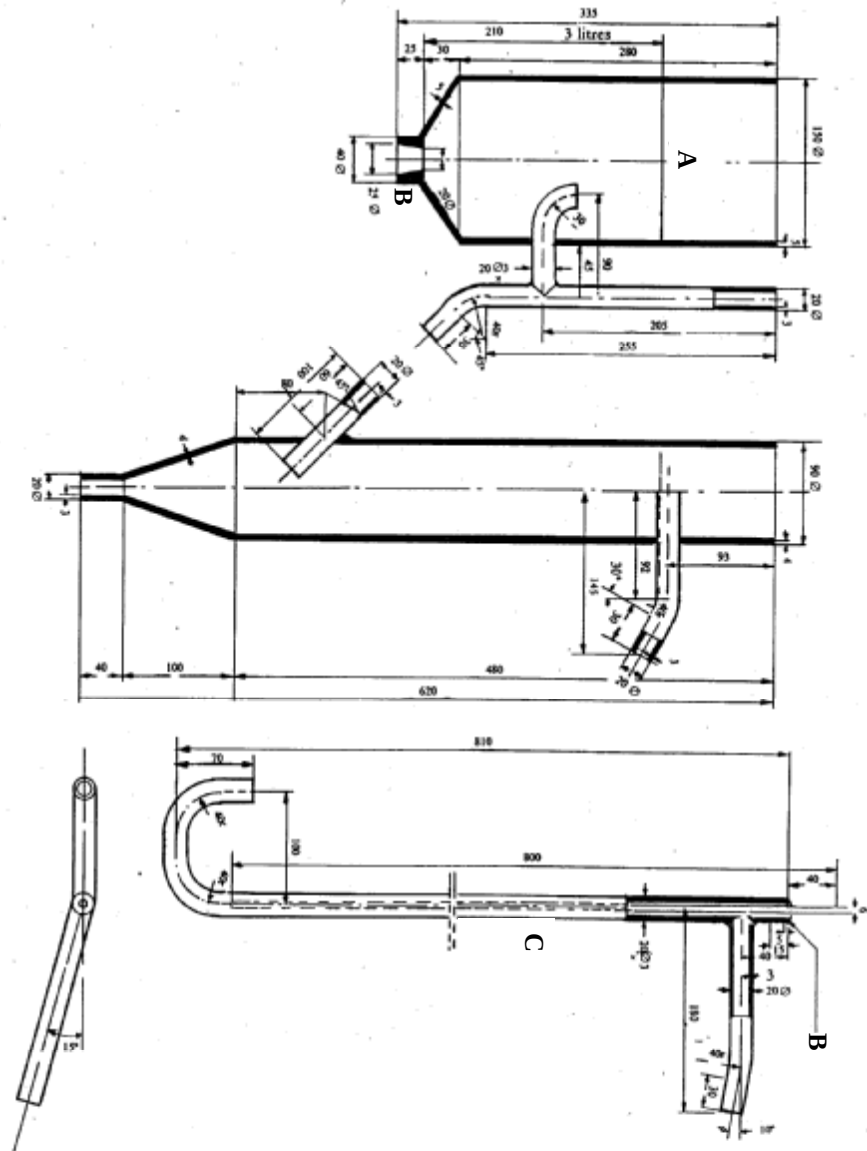
Anioninvaihtohartsia regeneroidaan ajamalla kolonnista läpi noin 5 000–6 000 ml ammoniumbikarbonaattiliuosta (5.3.4) virtausnopeudella noin 10 ml/min, kunnes eluaatissa ei ole enää anionisia pinta-aktiivisia aineita (metyleenisinikoe). Tämän jälkeen anioninvaihtaja pestään ajamalla kolonnista läpi 2 000 ml isopropanolin ja veden seosta (5.3.3). Anioninvaihtaja on jälleen käyttövalmis.

Kuva 1
Aktiivilietelaitos: yleiskuva



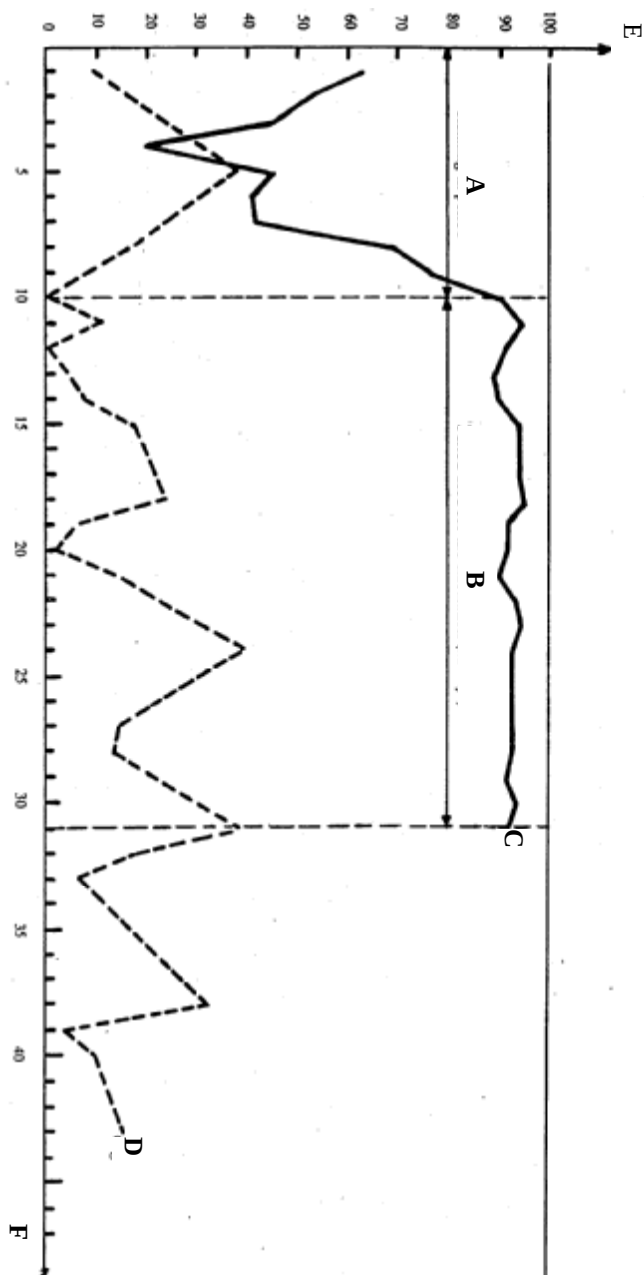
- A. Varastoastia
- B. Annostelulaite
- C. Ilmastusastia (*vetoisuus kolme litraa*)
- D. Saostusastia
- E. Ilmapumppu
- F. Kokoamisastia
- G. Sintteri-ilmastin
- H. Ilmanvirtausmittari
- I. Ilma

Kuva 2
Aktiivilietelaitos: yksityiskohta
 (mitat millimetreinä)



- A. Nesteen pinta
- B. Kovaa PVC:tä
- C. Lasia tai vedenkestävää muovia (kovaa PVC:tä)

Kuva 3
Biologisen hajoavuuden laskeminen - varmistustesti



- A. Sisäänajokausi
- B. Laskennassa käytetty aika (*kaksikymmentäyksi vuorokautta*)
- C. Helposti hajoava pinta-aktiivinen aine
- D. Pinta-aktiivinen aine, joka ei ole helposti hajoava
- E. Biologinen hajoavuus (%)
- F. Aika (päivää)

Kuva 4
Kuumennettava ioninvaihtokolonni
(mitat millimetreinä)

