



COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN

Brussel, 4.9.2002
COM(2002) 485 definitief

2002/0216 (COD)

Voorstel voor een

VERORDENING VAN HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD

betreffende detergentia

(door de Commissie ingediend)

TOELICHTING

Artikel 1 – Doelstellingen

Hoofddoel van deze verordening is het vrije verkeer van detergentia binnen de interne markt. In het bijzonder worden de bestaande richtlijnen inzake detergentia ten aanzien van de biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen en de milieubescherming in relatie tot dit hoofddoel gemoderniseerd. De voorgestelde nieuwe biologische afbreekbaarheidstests zorgen voor een betere bescherming van het milieu en zijn tevens bruikbaar voor alle soorten oppervlakteactieve stoffen in detergentia. Bovendien worden de voorschriften van Aanbeveling 89/542 van de Commissie inzake de etikettering van detergents en reinigingsmiddelen, en de specifieke voorlichting van de consument over de aanwezigheid van geurstoffen in detergentia bindend gemaakt voor de onder deze verordening vallende producten.

Artikel 2 en bijlage I – Definities

De voorgestelde definitie van “detergentia” breidt de werkingssfeer van de bestaande wetgeving uit tot andere, vergelijkbare toepassingen, die overeenkomstig de relevante ervaring bij de tenuitvoerlegging in de lidstaten binnen de doelstellingen van deze wetgeving komen te vallen.

Er wordt een definitie van “oppervlakteactieve stoffen” ingevoerd, die in de bestaande wetgeving ontbreekt.

Er worden definities gegeven van de in de verordening gehanteerde begrippen inzake biologische afbreekbaarheid, aangezien deze nuttig zijn voor een juiste uitvoering van de bepalingen.

Ten slotte worden ook andere definities opgenomen die voor de toepassing van deze verordening van nut kunnen zijn (“reinigen”, “wassen”, “stoffen”, “preparaten”, “in de handel brengen” enz.).

Artikelen 3 tot en met 7 – Beperkingen aan het in de handel brengen

Deze Artikelen verwijzen expliciet naar de voorschriften om het in de handel brengen van stoffen te verbieden en naar de voorwaarden om ontheffing te verlenen.

Een overgangsperiode van twee jaar, gerekend vanaf de uitvoeringsdatum van de verordening, wordt passend geacht om de fabrikanten (onder deze term worden in deze tekst ook importeurs gerekend) van de betrokken stoffen de gelegenheid te bieden ontheffing aan te vragen.

Het hiërarchische testsysteem is toegesneden op de behoeften van het milieu maar tevens is geprobeerd de kosten voor de marktpartijen tot een minimum te beperken, aangezien slechts een fractie van de betrokken stoffen het volledige scala van tests zal moeten doorlopen. Dit zal alleen voor die stoffen nodig zijn.

Voor stoffen die niet aan de eisen van de in bijlage III vermelde tests voor totale biologische afbreekbaarheid voldoen, kan ontheffing worden verleend na een expliciete aanvraag van fabrikanten en een beschikking van de Commissie, die per geval via een comitéprocedure wordt vastgesteld.

Ontheffing wordt uitsluitend verleend indien aan de eisen inzake primaire biologische afbreekbaarheid van bijlage II wordt voldaan en is bovendien afhankelijk van de beoordeling van overeenkomstig bijlage IV verstrekte aanvullende informatie.

Het is passend geacht in dit Artikel een verwijzing naar andere wetgeving op te nemen, met name naar Richtlijn 76/769/EEG, die inhoudt dat voor onder deze verordening vallende stoffen beperkingen voor het in de handel brengen kunnen gelden, bijvoorbeeld in verband met besluiten of aanbevelingen van Parcom.

Het is de bedoeling dat de verantwoordelijkheid verschuift naar de fabrikanten, die moeten waarborgen dat alle relevante tests worden uitgevoerd, in plaats van de huidige situatie waarin veel van initiatieven van de lidstaten afhangt.

Artikel 8 – Verplichtingen van de lidstaten

Voor de doelstellingen van de verordening wordt het essentieel geacht dat nauwkeurig wordt vastgesteld voor welke hoofdactiviteiten, naast die in Artikel 3 inzake de beperkingen voor het in de handel brengen, de aangewezen bevoegde autoriteiten in de lidstaten direct verantwoordelijk zijn.

Net als in de voorgaande wetgeving moeten de lidstaten een lijst indienen met de laboratoria die bevoegd zijn om de referentietests van de bijlagen II en III uit te voeren.

Artikel 9 – Verplichtingen van de fabrikanten

Fabrikanten van detergentia en/of van oppervlakteactieve stoffen voor detergentia moeten de technische dossiers van alle betrokken stoffen ter beschikking van de nationale autoriteiten kunnen stellen. De lidstaten moeten alle nodige maatregelen nemen om te zorgen dat aan deze bepaling wordt voldaan en daarbij ook actief optreden.

De fabrikanten van detergentia blijven ervoor verantwoordelijk dat ze geen detergenspreparaten in de handel brengen die oppervlakteactieve stoffen bevatten die niet aan de eisen voldoen en moeten ervoor zorgen dat alle vereiste technische documentatie beschikbaar is.

Artikel 10 – Controlemaatregelen

De bevoegde autoriteiten van de lidstaten moeten controlemaatregelen kunnen treffen om te waarborgen dat de fabrikanten aan deze verordening voldoen.

Artikel 11 en bijlage VIII – Etikettering en gegevensblad betreffende bestanddelen

In dit Artikel met de bijbehorende bijlage zijn de huidige bepalingen inzake de etikettering opgenomen, aangezien deze blijven bestaan. Tevens worden de bepalingen van de Artikelen 2 en 3 van Aanbeveling 89/542/EEG van de Commissie inzake de etikettering van detergentia en reinigingsmiddelen bindend gemaakt om rekening te houden met de met die aanbeveling ingezette ontwikkeling.

De aanbeveling heeft goed gefunctioneerd: in de meeste lidstaten is zij goed nageleefd. Het huidige voorstel is echter een goede gelegenheid om de etiketteringsvoorschriften te combineren met andere voorschriften voor het in de handel brengen van detergentia.

Deze overgang moet worden beschouwd als een teken dat de aanbeveling een succes is geweest en moet geenszins worden geïnterpreteerd als een aanpak ten nadele van vrijwillige overeenkomsten. Aanbeveling 98/480/EG van de Commissie voor goede milieupraktijken op het gebied van huishoudelijke wasmiddelen zal gescheiden blijven aangezien deze gebieden betreft die niet onder deze verordening vallen.

In het licht van het toenemende belang van geurstoffen en conserveringsmiddelen zijn deze nu in vergelijking met Aanbeveling 89/542/EEG als nieuw onderdeel opgenomen.

Er is een nieuwe bepaling toegevoegd die fabrikanten van detergentia verplicht een volledige lijst van de bestanddelen van de detergentia ter beschikking te stellen van beroepsbeoefenaren in de gezondheidszorg om hen te helpen onderzoeken of een oorzakelijk verband bestaat tussen de ontwikkeling van een allergische reactie en de blootstelling aan een bepaalde chemische stof.

Artikel 12 – Comitéprocedure

De voorgestelde comitéprocedure is een regelgevingsprocedure overeenkomstig het nieuwe Besluit 1999/468/EG.

Artikel 13 – Aanpassing van de bijlagen

Voorgesteld wordt dat de herziening van de bijlagen I tot en met IX volgens de comitéprocedure plaatsvindt, aangezien deze betrekking hebben op wetenschappelijke en technische aangelegenheden en de in het dispositief van de verordening ingestelde basishierarchie niet raken.

De comitéprocedure moet tevens van toepassing zijn op de Artikelen 4, 5, 7, 8 en 13 die verband houden met het in de handel brengen van stoffen en preparaten.

Artikel 14 – Vrij verkeer van goederen

Dit is de expliciete aanvulling op de bepalingen inzake de beperkingen van het in de handel brengen en betreft de stoffen en preparaten die aan de bepalingen van de verordening voldoen.

Artikel 15 – Vrijwaringsclausule

Het feit dat van een stof is gebleken dat deze gemakkelijke biologisch afbreekbaar is, sluit niet uit dat de afbraakproducten en de snelheid van biologische afbraak voor bepaalde soorten toepassingen problemen kunnen opleveren, vooral wanneer er grote hoeveelheden in ecosystemen terechtkomen.

Artikel 16 – Te vervangen wetgeving

In dit Artikel wordt bepaald welke richtlijnen worden vervangen door deze verordening, waarin hun relevante bepalingen zijn opgenomen.

Artikel 17 – Sancties voor het niet-naleven

De lidstaten worden verplicht sancties vast te stellen voor het niet-naleven van deze verordening.

Bijlage I – Producten die onder de definitie van detergentia vallen

In deze bijlage worden de zeep of andere oppervlakteactieve stoffen bevattende producten vermeld en gedefinieerd die onder de nieuwe definitie van detergentia van Artikel 2 vallen.

Bijlage II – Testmethoden voor de primaire biologische afbreekbaarheid

In deze bijlage worden de testsystemen en analysemethoden voor de beoordeling van de primaire biologische afbreekbaarheid van anionogene, niet-ionogene, kationogene en amfotere oppervlakteactieve stoffen opgenomen.

De belangrijkste veranderingen vergeleken met de huidige wetgeving zijn bedoeld om nu voor het eerst kationogene en amfotere oppervlakteactieve stoffen, alsook de anionogene en niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen die niet reageren op de tests in de huidige wetgeving, te bestrijken. Voor oppervlakteactieve stoffen die niet reageren op semi-specifieke methoden moeten instrumentele analyses worden gebruikt, zodat alle oppervlakteactieve stoffen nu worden bestreken.

Deze tests zijn relevant wanneer niet aan de eisen van de in bijlage III beschreven totale biologische afbreekbaarheidstests wordt voldaan en ze zullen per geval door het comité worden bestudeerd. Er wordt de voorkeur aan gegeven de huidige keuzemogelijkheden voor tests op primaire biologische afbreekbaarheid te handhaven, maar er wordt bepaald welke referentiemethoden van toepassing zijn bij strijdige resultaten in verschillende lidstaten. Deze tests zijn ook nodig voor de berekening van de verwachte milieuconcentratie van de oorspronkelijke stof voor de risicobeoordeling.

Bijlage III – Testmethoden voor de totale biologische afbreekbaarheid

De gevolgde aanpak is gebaseerd op bijlage V, punt C.4 (bepaling van de “gemakkelijke” biologische afbreekbaarheid), van Richtlijn 67/548/EEG.

Er is echter rekening gehouden met de noodzaak de voor referentiedoeleinden gekozen test, zoals die door de ISO is ontwikkeld, aan de vooruitgang van de wetenschap aan te passen.

Sommige tests die in het algemeen niet geschikt worden geacht voor oppervlakteactieve stoffen, mogen alleen worden gebruikt na specifieke toestemming via de comitéprocedure.

Uit de resultaten van de studie “Ringproef oppervlakteactieve stoffen I” van mei 1999 (WRC) bleek echter dat de blootstelling van slib aan een oppervlakteactieve stof gedurende zeven dagen in een SCAS-eenheid vóór de test met de gasruimtemethode geen uniforme effecten had op de biologische afbraak van die oppervlakteactieve stof of op de variabiliteit, hoewel de mate van biologische afbraak in het algemeen wel toenam. Gelet op de resultaten van alle laboratoria is het gebruik van deze vrij milde blootstelling vooraf niet de moeite waard omdat het vrij veel werk vereist en weinig oplevert.

Bijlage III van het voorstel is ook volledig in overeenstemming met de aanbevelingen in het advies van het WCTEM, die als volgt kunnen worden samengevat:

1. de voorgestelde totale afbreekbaarheidstests vormen een verbetering ten opzichte van de primaire biologische afbreekbaarheidstests;

2. de ISO-gasruimtemethode en de methoden OESO 301 B¹ en OESO 301 D² zijn geschikt, maar de twee OESO-methoden zijn enigszins beperkt toepasbaar;
3. de methoden OESO 301 A³, OESO 301 C⁴, OESO 301 E⁵ en OESO 301 F⁶ zijn minder geschikt dan bovengenoemde methoden;
4. aanpassing vooraf wordt niet wenselijk geacht;
5. het venster van tien dagen wordt niet wenselijk geacht.

De testmethoden van bijlage III zijn daarom de beste van de beschikbare genormaliseerde testmethoden voor de totale biologische afbreekbaarheid. Zij stellen ook zwaardere eisen dan de methoden voor de primaire biologische afbreekbaarheid die in de huidige EU-wetgeving worden gebruikt. Naar schatting zal 3 % van de oppervlakteactieve stoffen die aan de eisen van de primaire afbreekbaarheidstest van de huidige EU-wetgeving voldoen niet aan de eisen van de totale afbreekbaarheidstest van bijlage III voldoen. Behalve dat de nieuwe test strenger is dan de bestaande, is deze ook van toepassing op een aanzienlijk marktsegment, bestaande uit kationogene en amfotere oppervlakteactieve stoffen, waarop de bestaande tests geen betrekking hadden. Het betreft ongeveer 10 % van alle oppervlakteactieve stoffen in detergentia.

Bijlage IV – Aanvullende risicobeoordeling

In deze bijlage wordt bepaald welke aanvullende informatie nodig is voor stoffen die niet aan de eisen van de tests van bijlage III voldoen maar wel aan die van bijlage II en waarvoor krachtens Artikel 3, lid 3, ontheffing wordt aangevraagd.

Verordening (EEG) nr. 793/93 van de Raad inzake de beoordeling en de beperking van de risico's van bestaande stoffen bevat gedetailleerde voorschriften voor het verzamelen, het versturen en de toegankelijkheid van informatie over bestaande stoffen en voor de beoordeling van de risico's van bestaande stoffen voor mens en milieu om deze risico's in het kader van de Gemeenschapsbepalingen beter te kunnen beheersen.

Risicobeoordeling volgens overeengekomen procedures voordat nieuwe stoffen in de handel worden gebracht, is een andere vorm van geprogrammeerde evaluatie. Een dergelijke beoordeling en een afdoende kennisgeving bij een bevoegde autoriteit voordat een stof in de handel wordt gebracht, zijn voor chemische stoffen verplicht krachtens Richtlijn 92/32/EEG tot zevende wijziging van Richtlijn 67/548/EEG betreffende de aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke stoffen. Ook bij gewasbeschermingsmiddelen en andere biociden moet een grondige risicobeoordeling worden uitgevoerd voordat ze een vergunning kunnen krijgen om in de handel te worden gebracht.

In dit geval wordt voorgesteld een aanvullende beoordeling ad hoc in te voeren, die niet bedoeld is om nauw aan te sluiten bij de risicobeoordelingsprocedure in de twee bovengenoemde gevallen. Deze aanvullende beoordeling is namelijk bedoeld om te

¹ Methode C.4-C van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

² Methode C.4-E van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

³ Methode C.4-A van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

⁴ Methode C.4-F van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

⁵ Methode C.4-B van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

⁶ Methode C.4-D van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V.

beoordelen om welke redenen niet aan de eisen van de tests van het eerste niveau is voldaan en welke mogelijkheden er zijn om het in de handel brengen toe te staan (mits aan de eisen inzake primaire biologische afbreekbaarheid wordt voldaan).

Opgemerkt zij dat deze bepalingen in elk geval gelden voor de stoffen die onder de toekomstige verordening inzake detergentia vallen, wanneer dienovereenkomstig wordt bepaald.

Ook moet worden opgemerkt dat detergentia en hun bestanddelen tevens vallen onder alle horizontale wetgeving inzake stoffen en preparaten en de risicobeoordelingen in het kader daarvan.

Concluderend is gekozen voor een aanpak waarbij de nadruk ligt op de gegevens die helpen bij de beoordeling of een negatief resultaat bij de tests op gemakkelijke biologische afbreekbaarheid vals negatief is, en tevens een aantal andere gegevens beschikbaar worden die van essentieel belang worden geacht om de milieueffecten van de betrokken oppervlakteactieve stof en de producten van de biologische afbraak daarvan te beoordelen.

Er wordt rekening gehouden met de aanbevelingen in het advies van het WCTEM, zodat bij de risicobeoordeling de nadruk wordt gelegd op mogelijke metabolieten en informatie over de toxiciteit van deze metabolieten nodig is, alsmede hun bioconcentratievermogen en hun verdeling naar de sedimentfase. Met nadruk wordt gesteld dat, als er moeilijk afbreekbare metabolieten ontstaan, een risicobeoordeling volgens de relevante EU-wetgeving inzake gevaarlijke stoffen en de daarmee samenhangende technische richtsnoeren moet worden uitgevoerd. Bovendien wordt aanbevolen om, als bepaalde metabolieten van hormoonontregeling worden verdacht, gegevens over dit specifieke gevaar te hebben zodra gevalideerde protocollen voor de beoordeling van dergelijke effecten beschikbaar zijn.

Bijlage V – Lijst van ontheffingen

Deze bijlage vermeldt alle oppervlakteactieve stoffen waarvoor ontheffing is verleend.

Bijlage VI – Lijst van oppervlakteactieve stoffen die uit hoofde van deze verordening zijn verboden of beperkt

Deze bijlage vermeldt alle oppervlakteactieve stoffen waarvan is vastgesteld dat ze niet aan de bepalingen van deze verordening voldoen of waarvan het gebruik ten gevolge van deze verordening aan beperkingen is onderworpen.

Bijlage VII – Lijst van oppervlakteactieve stoffen die uit hoofde van de uitvoering van andere Gemeenschapswetgeving verboden zijn

Deze bijlage vermeldt alle oppervlakteactieve stoffen die onder deze verordening vallen en krachtens andere Gemeenschapswetgeving, met name Richtlijn 76/769/EEG, verboden zijn of aan beperkingen onderworpen zijn.

Bijlage VIII – Etikettering en gegevensblad betreffende bestanddelen

Deze bijlage beschrijft hoe op de verpakking van detergentia bepaalde bestanddelen moeten worden vermeld en de aanbevolen hoeveelheden van het detergens voor een standaardwasmachinelading alsook het aantal standaardwasmachineladingen dat met de inhoud van de verpakking kan worden gewassen, moeten worden aangegeven. Ook wordt voorgeschreven op welke wijze de bestanddelen op het voor beroepsbeoefenaren in de gezondheidszorg bestemde gegevensblad moeten worden vermeld.

Bijlage IX – Lijst van test- en analysemethoden

Deze bijlage bevat de test- en analysemethoden die van toepassing zijn op de controle door de lidstaten van detergentia die in de handel zijn, die als bijlage bij de bestaande wetgeving inzake detergentia waren opgenomen.

Voorstel voor een

VERORDENING VAN HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD

betreffende detergentia

(voor de EER relevante tekst)

HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD VAN DE EUROPESE UNIE,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap, en met name op Artikel 95,

Gezien het voorstel van de Commissie⁷,

Gezien het advies van het Economisch en Sociaal Comité⁸,

Volgens de procedure van Artikel 251 van het Verdrag⁹,

Overwegende hetgeen volgt:

- (1) Richtlijn 73/404/EEG van de Raad van 22 november 1973 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der lidstaten inzake detergentia¹⁰, laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 86/94/EEG van de Raad¹¹, Richtlijn 73/405/EEG van de Raad van 22 november 1973 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der lidstaten inzake de controlemethoden met betrekking tot de biologische afbreekbaarheid van anionactieve, oppervlakteactieve stoffen¹², laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 82/243/EEG van de Raad¹³, en Richtlijn 82/242/EEG van de Raad van 31 maart 1982 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de lidstaten inzake controlemethoden voor de biologische afbreekbaarheid van niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen en houdende wijziging van Richtlijn 73/404/EEG¹⁴ moeten omwille van de duidelijkheid en doelmatigheid worden gemoderniseerd en door één tekst worden vervangen; daarin moeten tevens de bepalingen inzake de etikettering van detergentia en reinigingsmiddelen van Aanbeveling 89/542/EEG van de Commissie van 13 september 1989 inzake de etikettering van detergenten en reinigingsmiddelen¹⁵ worden opgenomen.

⁷ PB C ... van ..., blz. ...

⁸ PB C ... van ..., blz. ...

⁹ Advies van het Europees Parlement van .

¹⁰ PB L 347 van 17.12.1973, blz. 51.

¹¹ PB L 80 van 25.3.1986, blz. 51.

¹² PB L 347 van 17.12.1973, blz. 53.

¹³ PB L 109 van 22.4.1982, blz. 18.

¹⁴ PB L 109 van 22.4.1982, blz. 1.

¹⁵ PB L 291 van 10.10.1989, blz. 55.

- (2) De doelstellingen van het beoogde optreden om de interne markt voor detergentia te waarborgen kunnen, overeenkomstig de in Artikel 5 van het Verdrag vermelde beginselen van subsidiariteit en evenredigheid, niet afzonderlijk door de lidstaten worden bereikt indien er geen gemeenschappelijke technische criteria voor de hele Gemeenschap zijn, en kunnen bijgevolg beter door optreden van de Gemeenschap worden bereikt; dit optreden moet worden beperkt tot het minimum dat nodig is om deze doelstellingen te bereiken en mag niet verder gaan dan wat daarvoor nodig is; een verordening is het passende juridische instrument, aangezien de fabrikanten aldus rechtstreeks nauwkeurige voorschriften worden opgelegd die in de hele Gemeenschap terzelfder tijd en op dezelfde wijze moeten worden nagekomen; technische wetgeving moet in de lidstaten uniform worden toegepast en dit kan alleen door middel van een verordening worden gewaarborgd.
- (3) De definitie van detergentia moet zodanig worden gewijzigd dat deze ook gelijkwaardig gebruik omvat en aansluit bij de ontwikkelingen in de lidstaten.
- (4) Er moet een definitie van oppervlakteactieve stoffen worden opgenomen, die in de bestaande wetgeving ontbrak.
- (5) Het is belangrijk dat een duidelijke en precieze beschrijving wordt gegeven van de relevante soorten biologische afbreekbaarheid.
- (6) Maatregelen betreffende detergentia zijn nodig om de werking van de interne markt te waarborgen en te voorkomen dat de mededinging in de Gemeenschap wordt beperkt.
- (7) Deze maatregelen moeten een hoog beschermingsniveau voor het milieu, inzonderheid het watermilieu, waarborgen, zoals in het witboek van de Commissie *Strategie voor een toekomstig beleid voor chemische stoffen*¹⁶ is bevestigd.
- (8) Op de fabricage, de correcte hantering, het gebruik en de etikettering van detergentia is reeds een aantal Gemeenschapsvoorschriften van toepassing, in het bijzonder Aanbeveling 89/542/EEG van de Commissie en Aanbeveling 98/480/EG van de Commissie van 22 juli 1998 voor goede milieupraktijken op het gebied van huishoudelijke wasmiddelen¹⁷; Richtlijn 1999/45/EG van het Europees Parlement en de Raad van 31 mei 1999 betreffende de onderlinge aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen van de lidstaten inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke preparaten¹⁸ is van toepassing op detergentia.
- (9) Di-talg-dimethylammoniumchloride (DTDMAC) en nonylfenol (met inbegrip van ethoxylaatderivaten, APE's) zijn prioritaire stoffen waarvoor op Gemeenschapsniveau overeenkomstig Verordening (EEG) nr. 793/93 van de Raad van 23 maart 1993 inzake de beoordeling en de beperking van de risico's van bestaande stoffen¹⁹ risicobeoordelingsactiviteiten plaatsvinden en zo nodig zullen doeltreffende strategieën om de risico's van blootstelling aan deze stoffen te beperken worden aanbevolen en in het kader van andere relevante EG-instrumenten ten uitvoering worden gelegd.

¹⁶ Document COM(2001) 88 definitief.

¹⁷ PB L 215 van 1.8.1998, blz. 73.

¹⁸ PB L 200 van 30.7.1999, blz. 1.

¹⁹ PB L 84 van 5.4.1993, blz. 1.

- (10) De bestaande wetgeving betreffende de biologische afbreekbaarheid van de oppervlakteactieve stoffen in detergentia betreft uitsluitend de primaire biologische afbreekbaarheid²⁰ en is uitsluitend van toepassing op anionogene²¹ en niet-ionogene²² oppervlakteactieve stoffen; daarom moet deze worden vervangen door nieuwe wetgeving waarin de nadruk ligt op de totale biologische afbreekbaarheid en waarmee tegemoet wordt gekomen aan de belangrijke bezorgdheid over de potentiële giftigheid van moeilijk afbreekbare metabolieten.
- (11) Hiervoor moet een nieuwe, op EN-ISO-normen en OESO-richtsnoeren gebaseerde reeks tests worden ingevoerd voor het verlenen van rechtstreekse toestemming om detergentia in de handel te brengen.
- (12) Om een hoog beschermingsniveau voor het milieu te waarborgen, mogen detergentia die niet aan de voorschriften van deze verordening voldoen niet in de handel worden gebracht.
- (13) Op 25 november 1999 heeft het Wetenschappelijk Comité voor de toxiciteit, de ecotoxiciteit en het milieu een advies bekendgemaakt over de biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen in detergentia en de relevantie van testmethoden voor wettelijke controle op dit gebied.
- (14) De bestaande voorschriften voor primaire biologische afbreekbaarheid moeten op een tweede hiërarchisch niveau worden behouden voor oppervlakteactieve stoffen die niet aan de eisen van de tests voor totale biologische afbreekbaarheid voldoen; voorts mogen oppervlakteactieve stoffen die niet aan de eisen van de tests voor primaire biologische afbreekbaarheid voldoen niet op grond van ontheffing in de handel worden gebracht.
- (15) De voorschriften voor primaire biologische afbreekbaarheid moeten van toepassing worden op alle oppervlakteactieve stoffen, in het bijzonder op kationogene en amfotere stoffen, terwijl het mogelijk moet worden instrumentele analyse toe te passen in gevallen waarin semi-specifieke analysemethoden niet geschikt zijn.
- (16) Het vaststellen van methoden om de biologische afbreekbaarheid te testen, het vaststellen van criteria voor ontheffing en het bijhouden van lijsten van ontheffingen zijn technische aangelegenheden die in het licht van de ontwikkeling van de techniek en de wetenschap alsook van de wetgeving moeten worden herzien.
- (17) Testmethoden moeten gegevens opleveren die voldoende zekerheid bieden over de aërobe biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen in detergentia.
- (18) Testmethoden om de biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen in detergentia te meten kunnen variabele resultaten opleveren en zullen mogelijk moeten worden aangevuld met extra beoordelingen om de risico's van langdurig gebruik vast te stellen.

²⁰ Richtlijn 73/404/EEG van de Raad (PB L 347 van 17.12.1973, blz. 51) en Richtlijn 86/94/EEG van de Raad (PB L 80 van 25.3.1986, blz. 51).

²¹ Richtlijn 73/405/EEG van de Raad (PB L 347 van 17.12.1973, blz. 53) en Richtlijn 82/243/EEG van de Raad (PB L 109 van 22.4.1982, blz. 18).

²² Richtlijn 82/242/EEG van de Raad (PB L 109 van 22.4.1982, blz. 1).

- (19) Er moeten tevens voorschriften worden vastgesteld om in uitzonderlijke gevallen oppervlakteactieve stoffen in detergentia in de handel te kunnen brengen die niet aan de eisen van de tests voor totale biologische afbreekbaarheid voldoen; dit moet, per geval, op grond van alle voor de bescherming van het milieu relevante informatie gebeuren.
- (20) Omdat de nodige maatregelen ter uitvoering van deze verordening maatregelen van algemene strekking zijn in de zin van Artikel 2 van Besluit 1999/468/EG van de Raad van 28 juni 1999 tot vaststelling van de voorwaarden voor de uitoefening van de aan de Commissie verleende uitvoeringsbevoegdheden²³, moeten deze maatregelen volgens de regelgevingsprocedure van Artikel 5 van dat besluit worden vastgesteld.
- (21) Verwezen moet worden naar andere horizontale wetgeving die van toepassing is op oppervlakteactieve stoffen in detergentia, in het bijzonder Richtlijn 76/769/EEG van de Raad van 27 juli 1976²⁴, waarbij het in de handel brengen en het gebruik van onder deze verordening vallende gevaarlijke stoffen kan zijn verboden of beperkt, Richtlijn 67/548/EEG van de Raad van 27 juni 1967 betreffende de aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke stoffen²⁵, Richtlijn 93/67/EEG van de Commissie van 20 juli 1993²⁶ betreffende de beoordeling van de risico's voor mens en milieu van nieuwe stoffen of Verordening (EEG) nr. 793/93; en Verordening (EG) nr. 1488/94 van de Commissie van 28 juni 1994 tot vaststelling van de beginselen voor de beoordeling van de risico's voor mens en milieu van bestaande stoffen²⁷.
- (22) De fabrikanten moeten ervoor verantwoordelijk zijn geen detergentia in de handel te brengen die niet aan de voorschriften van deze verordening voldoen en de technische dossiers van alle onder deze verordening vallende stoffen en preparaten ter beschikking van de nationale autoriteiten te kunnen stellen; dit moet ook gelden voor oppervlakteactieve stoffen die niet aan de eisen van de in bijlage III genoemde tests voldoen.
- (23) De fabrikanten moeten een verzoek om ontheffing kunnen doen en de Commissie moet een dergelijke ontheffing kunnen verlenen overeenkomstig de comitéprocedure van deze verordening.
- (24) De bevoegde autoriteiten van de lidstaten moeten controlemaatregelen kunnen toepassen op detergentia die in de handel zijn, maar zij moeten voorkomen dat tests die al door bevoegde laboratoria zijn uitgevoerd worden herhaald.
- (25) De etiketteringsvoorschriften voor de etikettering van detergentia en reinigingsmiddelen, inclusief die van Aanbeveling 89/542/EEG, die in deze verordening wordt opgenomen om de regels voor detergentia te moderniseren, moeten van kracht blijven. Specifieke etikettering wordt ingevoerd om de consumenten te informeren over de in detergentia aanwezige geurstoffen en conserveringsmiddelen. Beroepsbeoefenaren in de gezondheidszorg moeten op verzoek een volledige lijst van alle bestanddelen van een detergens van de fabrikant kunnen krijgen aan de hand

²³ PB L 184 van 17.7.1999, blz. 23.

²⁴ PB L 262 van 27.9.1976, blz. 201.

²⁵ PB L 196 van 16.8.1967, blz. 1.

²⁶ PB L 227 van 8.9.1993, blz. 9.

²⁷ PB L 161 van 29.6.1994, blz. 3.

waarvan zij kunnen onderzoeken of een oorzakelijk verband bestaat tussen de ontwikkeling van een allergische reactie en de blootstelling aan een specifieke chemische stof.

- (26) Alle bovenstaande punten pleiten voor vervanging van de bestaande wetgeving door nieuwe wetgeving; gedurende een periode van maximaal achttien maanden mogen de lidstaten echter hun bestaande wetgeving blijven toepassen.
- (27) De technische bijlagen bij deze verordening kunnen volgens de comitéprocedure worden aangepast.
- (28) Het in de handel brengen van detergentia die aan deze verordening voldoen moet, onverminderd andere toepasselijke Gemeenschapsvoorschriften, worden toegestaan.
- (29) Om mens en milieu te beschermen tegen de onvoorziene risico's van detergentia is een vrijwaringsclausule noodzakelijk.
- (30) De voorgeschreven tests voor de biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen moeten worden uitgevoerd in laboratoria die voldoen aan een internationaal erkende norm, namelijk EN/ISO/IEC/17025; deze eis mag niet worden gesteld aan bestaande oppervlakteactieve stoffen indien de beschikbare tests hierop vóór de inwerkingtreding van de genoemde norm zijn uitgevoerd en nog steeds een vergelijkbaar wetenschappelijk kwaliteitsniveau bieden.
- (31) De vraagstukken in verband met de anaërobe biologische afbreekbaarheid, de biologische afbreekbaarheid van de belangrijkste niet-oppervlakteactieve organische bestanddelen van detergentia en het fosfaatgehalte moeten door de Commissie worden herzien en wanneer dit gerechtvaardigd is moet een voorstel bij het Europees Parlement en de Raad worden ingediend.
- (32) De vijf richtlijnen en de aanbeveling van de Commissie die in overweging 1 zijn genoemd en die door deze verordening worden vervangen, moeten worden ingetrokken,

HEBBEN DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

Doelstellingen en toepassingsgebied

- 1. Deze verordening legt regels vast die bedoeld zijn om het vrije verkeer van detergentia en oppervlakteactieve stoffen voor detergentia binnen de interne markt te verwezenlijken en tegelijkertijd een hoog beschermingsniveau voor het milieu te waarborgen.
- 2. Daarom bevat deze verordening regels voor:
 - de biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen in detergentia;
 - de etikettering van detergentia.

Artikel 2 **Definities**

In deze verordening wordt verstaan onder:

1. “detergentia”: alle stoffen of preparaten die zepen of andere oppervlakteactieve stoffen bevatten en die bedoeld zijn voor wasprocédés op basis van water. Detergentia kunnen elke vorm hebben (vloeistof, poeder, pasta, staaf, brood, gestempeld stuk, fantasievorm enz.) en kunnen voor huishoudelijke en/of institutionele en/of industriële doeleinden worden gebruikt. In bijlage I, onder A, zijn andere producten vermeld die geacht worden onder deze definitie te vallen;
2. “wassen”: het reinigen van wasgoed, weefsels, de vaat of keukengerei;
3. “reinigen”: hetgeen gedefinieerd is in EN ISO 862;
4. “stoffen”: chemische elementen en hun verbindingen, zoals zij voorkomen in natuurlijke toestand of bij de productie ontstaan, met inbegrip van alle additieven die nodig zijn voor het behoud van de stabiliteit van het product en alle onzuiverheden ten gevolge van het productieprocédé, doch met uitzondering van elk oplosmiddel dat kan worden afgescheiden zonder dat de stabiliteit van de stof wordt aangetast of de samenstelling ervan wordt gewijzigd;
5. “preparaten”: mengsels of oplossingen die bestaan uit twee of meer stoffen;
6. “oppervlakteactieve stoffen”: organische stoffen en/of preparaten die in detergentia worden gebruikt en opzettelijk zijn toegevoegd om door hun oppervlakteactieve eigenschappen voor reiniging, spoeling, wasverzachting en/of enig ander doel te zorgen, en die bestaan uit een of meer hydrofiele en een of meer hydrofobe groepen die zodanig van aard en van omvang zijn dat ze micellen kunnen vormen;
7. “primaire biologische afbreekbaarheid”: de structuurverandering (omzetting) van een oppervlakteactieve stof door micro-organismen die leidt tot het verlies van de oppervlakteactieve eigenschappen ervan door de afbraak van de oorspronkelijke stof met als gevolg het verlies van de oppervlakteactieve eigenschap, zoals gemeten volgens de in bijlage II vermelde testmethoden;
8. “totale aërobe biologische afbreekbaarheid”: de mate van biologische afbraak die wordt bereikt wanneer de oppervlakteactieve stof in aanwezigheid van zuurstof volledig door micro-organismen wordt verbruikt, zodat deze wordt afgebroken tot kooldioxide, water en anorganische zouten van andere aanwezige elementen (mineralisatie), zoals gemeten volgens de in bijlage III vermelde testmethoden, en nieuwe microbiële celbestanddelen (biomassa);
9. “in de handel brengen”: op de Gemeenschapsmarkt brengen en daardoor al dan niet tegen betaling aan derden beschikbaar stellen. Ook invoer in het douanegebied van de Gemeenschap wordt beschouwd als in de handel brengen;
10. “fabrikant”: de natuurlijke persoon of rechtspersoon (met inbegrip van importeurs) die een detergens en/of een oppervlakteactieve stof voor detergentia in de handel brengt.

Artikel 3
In de handel brengen

1. De in Artikel 1 bedoelde detergentia en oppervlakteactieve stoffen voor detergentia moeten wanneer zij in de Gemeenschap in de handel worden gebracht aan de in deze verordening en de bijlagen erbij vastgestelde voorwaarden, kenmerken en grenzen voldoen.
2. De fabrikanten van detergentia en/of van oppervlakteactieve stoffen voor detergentia moeten in de Gemeenschap gevestigd zijn.
3. De fabrikanten zijn verantwoordelijk voor de conformiteit van detergentia en van oppervlakteactieve stoffen voor detergentia met de bepalingen van deze verordening en de bijlagen erbij.

Artikel 4
Beperkingen aan het in de handel brengen

1. Indien een detergens oppervlakteactieve stoffen bevat waarvan het niveau van totale aërobe biologische afbreekbaarheid onder de in bijlage III vastgestelde waarde ligt, kunnen de fabrikanten van detergentia die oppervlakteactieve stoffen bevatten en/of van oppervlakteactieve stoffen voor detergentia om ontheffing verzoeken. Verzoeken om ontheffing worden overeenkomstig de bepalingen van de Artikelen 5 en 9 ingediend.
2. Het niveau van primaire biologische afbreekbaarheid wordt gemeten voor alle oppervlakteactieve stoffen in detergentia die niet aan de eisen van de tests voor totale aërobe biologische afbreekbaarheid voldoen. Oppervlakteactieve stoffen in detergentia waarvan het niveau van primaire biologische afbreekbaarheid onder de in bijlage II vastgestelde waarde ligt, komen niet voor ontheffing in aanmerking.

Artikel 5
Verlening van ontheffing

1. Fabrikanten kunnen om ontheffing verzoeken door naar de bevoegde autoriteiten van de betrokken lidstaat, als bedoeld in Artikel 8, lid 1, en naar de Commissie een aanvraag te zenden waarin zij bewijzen leveren ten aanzien van de in Artikel 6, lid 1, genoemde criteria.
2. De aanvragen omvatten een technisch dossier met alle informatie en rechtvaardigingen die nodig zijn voor de beoordeling van de veiligheidsaspecten van het specifieke gebruik van oppervlakteactieve stoffen in detergentia die niet aan de in de bijlagen II en III vastgestelde grenzen voor biologische afbreekbaarheid voldoen.

Het technische dossier bevat, naast de resultaten van de in bijlage III bedoelde tests, de resultaten van de in de bijlagen II en IV bedoelde tests.

3. Bevoegde autoriteiten van de lidstaten die overeenkomstig de leden 1 en 2 ontheffingsaanvragen ontvangen, onderzoeken deze, beoordelen of ze aan de voorwaarden voor ontheffing voldoen en stellen de Commissie onverwijld van de resultaten op de hoogte.

Indien de bevoegde autoriteit van de lidstaat dit voor de beoordeling van het risico dat een stof en/of preparaat kan opleveren nodig acht, kan deze nadere informatie, controle en/of bevestigingstests vragen voor deze stoffen en/of preparaten of hun omzettingproducten, waarvan kennisgeving is ontvangen of waarover informatie is ontvangen overeenkomstig deze verordening.

4. De Commissie kan overeenkomstig de procedure van Artikel 12, lid 2, ontheffing verlenen. Zo nodig kan de Commissie alvorens ontheffing te verlenen de in lid 3 genoemde zaken nader beoordelen.
5. Afhankelijk van de in bijlage IV van deze verordening beschreven aanvullende risicobeoordeling kunnen deze ontheffingen het in de handel brengen en het gebruik van oppervlakteactieve stoffen in detergentia toestaan, beperken of strikt beperken. De ontheffingen kunnen een periode voor geleidelijke eliminatie van het in de handel brengen en het gebruik van oppervlakteactieve stoffen in detergentia bevatten.
6. De Commissie maakt de in bijlage V opgenomen lijst van oppervlakteactieve stoffen waarvoor ontheffing is verleend bekend met vermelding van de bijbehorende voorwaarden of beperkingen van het gebruik.

Artikel 6 **Weigering van ontheffing**

1. De Commissie kan weigeren ontheffing te verlenen op grond van de volgende criteria:
 - gebruik in grote hoeveelheden;
 - gebruik voor sterk verspreide toepassingen, bijvoorbeeld door het grote publiek, in plaats van voor weinig verspreide toepassingen, bijvoorbeeld door gespecialiseerde industriële en/of institutionele reiniging;
 - de sociaal-economische voordelen wegen niet op tegen de gevolgen voor de gezondheid van de mens en voor het milieu.
2. Zolang de Commissie geen besluit over een verzoek om ontheffing heeft genomen, mag het gebruik van de oppervlakteactieve stof in kwestie worden voortgezet indien de fabrikant kan aantonen dat de oppervlakteactieve stof al op de Gemeenschapsmarkt werd gebruikt op de datum van inwerkingtreding van deze verordening en dat het verzoek om ontheffing binnen twee jaar na die datum is ingediend. Indien de Commissie weigert ontheffing voor een oppervlakteactieve stof te verlenen, kan zij een overgangsperiode instellen waarin het gebruik van de oppervlakteactieve stof in kwestie geleidelijk moet worden geëlimineerd. Deze overgangsperiode duurt ten hoogste twee jaar.

Artikel 7 **Uitvoering van tests voor oppervlakteactieve stoffen en vermelding van de oppervlakteactieve stoffen die verboden zijn of waarvan het gebruik is beperkt**

1. Alle in de Artikelen 3 en 4 alsook in de bijlagen II, III, IV en IX bedoelde tests worden overeenkomstig de in bijlage I, onder B, punt 1, genoemde norm uitgevoerd.

Ingeval oppervlakteactieve stoffen worden gebruikt in detergentia die al voor de inwerkingtreding van de genoemde norm in de handel waren, kunnen, van geval tot geval, bestaande tests worden aanvaard die zijn uitgevoerd op grond van de beste beschikbare wetenschappelijke kennis en die zijn uitgevoerd volgens een norm die vergelijkbaar is met de in bijlage I, onder B, punt 1, genoemde norm. De fabrikant of de lidstaat kan elk geval waarover twijfel of een geschil bestaat aan de Commissie voorleggen. Vervolgens wordt een beslissing genomen volgens de procedure van Artikel 12, lid 2.

2. In bijlage VI zijn de oppervlakteactieve stoffen vermeld die verboden zijn of waarvan het gebruik is beperkt omdat zij niet aan deze verordening voldoen.
3. De in bijlage VII vermelde oppervlakteactieve stoffen zijn, ongeacht de resultaten van de in de bijlagen II, III en IV bedoelde tests, eveneens verboden of beperkt voor het gebruik in detergentia als gevolg van andere Gemeenschapswetgeving, in het bijzonder Richtlijn 76/769/EEG.

Artikel 8

Verplichtingen van de lidstaten

1. De lidstaten wijzen de bevoegde autoriteit of autoriteiten aan die verantwoordelijk zijn voor het verstrekken en uitwisselen van informatie over het beheer van deze verordening en delen de Commissie de naam en het volledige adres van deze autoriteiten mee.
2. Elke lidstaat geeft de overige lidstaten en de Commissie kennis van de lijst van goedgekeurde laboratoria die bevoegd en gemachtigd zijn om de krachtens deze verordening en de bijlagen erbij vereiste tests uit te voeren, met vermelding van de volledige naam- en adresgegevens. De lidstaten bewijzen de competentie van de bovengenoemde laboratoria aan de hand van de in bijlage I, onder B, genoemde normen.
3. Indien de bevoegde autoriteit van een lidstaat redenen heeft om aan te nemen dat een goedgekeurd laboratorium niet over de in lid 2 bedoelde competentie beschikt, stelt deze dit punt aan de orde in het in Artikel 12 bedoelde comité. Indien de Commissie besluit dat het laboratorium niet over de in lid 2 bedoelde vereiste competentie beschikt, wordt de naam van het goedgekeurde laboratorium van de in lid 4 bedoelde lijst geschrapt. Artikel 15, lid 2, is van toepassing.
4. De Commissie maakt de lijst van bevoegde autoriteiten, als bedoeld in lid 1, en de lijst van goedgekeurde laboratoria, als bedoeld in lid 2, bekend in het *Publicatieblad van de Europese Gemeenschappen*.

Artikel 9

Verplichtingen van de fabrikanten

1. Fabrikanten die preparaten en/of stoffen in de handel brengen die onder het toepassingsgebied van deze verordening vallen, houden de volgende gegevens ter beschikking van de bevoegde autoriteiten van de lidstaten:
 - informatie over een of meer resultaten van de in bijlage III genoemde tests;

- in geval van oppervlakteactieve stoffen die niet aan de eisen van in bijlage III genoemde tests voldoen en waarvoor een verzoek om ontheffing, als bedoeld in Artikel 5, is gedaan:
 - i) een technisch dossier over de resultaten van de in bijlage II genoemde tests;
 - ii) een technisch dossier over de resultaten van de in bijlage IV genoemde tests.
- 2. Telkens wanneer stoffen en preparaten die onder het toepassingsgebied van deze verordening vallen in de handel worden gebracht, is de fabrikant verantwoordelijk voor de juiste uitvoering van de bovengenoemde relevante tests. Ook moet hij documentatie beschikbaar hebben over de uitgevoerde tests om aan te tonen dat aan de verordening wordt voldaan en dat hij over de eigendomsrechten van de testresultaten kan beschikken, afgezien van de testresultaten die al openbaar zijn.
- 3. Fabrikanten die preparaten in de handel brengen die onder het toepassingsgebied van deze verordening vallen, moeten op verzoek aan elke beroepsbeoefenaar in de gezondheidszorg onverwijld en zonder kosten een gegevensblad verstrekken met vermelding van alle bestanddelen, als bedoeld in bijlage VIII, onder C.

Artikel 10 **Controlemaatregelen**

1. De bevoegde autoriteiten van de lidstaten kunnen passende controlemaatregelen toepassen op detergentia die in de handel zijn door gebruik te maken van de in bijlage IX bedoelde test- en analysemethoden. Deze controlemaatregelen mogen niet inhouden dat de fabrikanten tests moeten herhalen die zijn uitgevoerd door laboratoria die voldoen aan de voorwaarden van Artikel 8, lid 2, of moeten betalen voor herhalings-tests of aanvullende tests, indien uit de oorspronkelijke test is gebleken dat de detergentia, of de in detergentia gebruikte oppervlakteactieve stoffen, aan deze verordening voldoen.
2. Indien wordt vermoed dat de in de bijlagen II, III, IV of IX bedoelde testmethoden vals positieve resultaten hebben opgeleverd, stellen de bevoegde autoriteiten van de lidstaten de Commissie hiervan in kennis en kan de Commissie deze resultaten volgens de procedure van Artikel 12, lid 2, verifiëren en de nodige maatregelen nemen.

Artikel 11 **Etikettering**

1. De bepalingen van dit Artikel laten de bepalingen inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke stoffen en preparaten van Richtlijn 67/548/EEG en van Richtlijn 1999/45/EG betreffende de onderlinge aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen van de lidstaten inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke preparaten, onverlet.

2. De volgende informatie moet in leesbare, zichtbare en onuitwisbare letters worden vermeld op de verpakking waarin de detergentia aan de consument worden aangeboden:
 - a) de naam van het product;
 - b) de naam of de handelsnaam en het adres of het gedeponeerde merk van degene die voor het in de handel brengen verantwoordelijk is;
 - c) het adres waar het in Artikel 9, lid 3, bedoelde gegevensblad kan worden verkregen.

Dezelfde informatie moet worden vermeld op de begeleidende documenten bij onverpakt vervoerde detergentia.

3. Op de verpakking van detergentia moeten overeenkomstig de voorschriften van bijlage VIII, onder A, de gehalten worden vermeld.
4. Bovendien moet op de verpakking van detergentia die aan het grote publiek voor gebruik als wasmiddel worden verkocht de in bijlage VIII, onder B, bedoelde informatie worden vermeld.
5. Indien in een lidstaat het nationale voorschrift geldt dat de etikettering in de landstaal of -talen moet zijn gesteld, geeft deze lidstaat de Commissie daarvan kennis, en moet de fabrikant ten aanzien van de in de leden 3 en 4 bedoelde informatie aan dat voorschrift voldoen.

Artikel 12

Comitéprocedure

1. De Commissie wordt bijgestaan door een comité, bestaande uit vertegenwoordigers van de lidstaten en voorgezeten door de vertegenwoordiger van de Commissie.
2. Indien naar dit lid wordt verwezen, zijn de Artikelen 5 en 7 van Besluit 1999/468/EG van toepassing overeenkomstig Artikel 8 van dat besluit.
3. De in Artikel 5, lid 6, van Besluit 1999/468/EG bedoelde termijn bedraagt drie maanden.
4. Het comité stelt zijn reglement van orde vast.

Artikel 13

Aanpassing van de bijlagen

De amendementen die nodig zijn om de bijlagen I tot en met IX te wijzigen worden goedgekeurd volgens de procedure van Artikel 12, lid 2, en zullen waar mogelijk gebruikmaken van Europese normen.

Artikel 14
Vrij verkeer van goederen

De lidstaten mogen het in de handel brengen van detergentia en/of oppervlakteactieve stoffen voor detergentia die aan de voorschriften van deze verordening voldoen, niet verbieden, beperken of belemmeren.

Artikel 15
Vrijwaringsclausule

1. Indien een lidstaat gegronde redenen heeft om aan te nemen dat een specifiek detergens weliswaar aan de voorschriften van deze verordening voldoet, maar niettemin risico's oplevert voor de veiligheid of de gezondheid van mens of dier of voor het milieu, kan hij het in de handel brengen van dat detergens op zijn grondgebied voorlopig verbieden of voorlopig aan bijzondere voorwaarden onderwerpen.

Hij stelt de overige lidstaten en de Commissie hiervan onmiddellijk in kennis onder opgave van de redenen voor zijn beslissing.

2. Na raadpleging van de lidstaten of, in voorkomend geval, van het desbetreffende technische of wetenschappelijke comité van de Commissie, wordt binnen negentig dagen volgens de procedure van Artikel 12, lid 2, een besluit genomen.

Artikel 16
Te vervangen wetgeving

1. De volgende richtlijnen worden hierbij op de datum van inwerkingtreding van deze verordening ingetrokken:
 - Richtlijn 73/404/EEG;
 - Richtlijn 73/405/EEG;
 - Richtlijn 82/242/EEG;
 - Richtlijn 82/243/EEG;
 - Richtlijn 86/94/EEG.
2. Verwijzingen naar de bovenstaande richtlijnen gelden als verwijzingen naar deze verordening.
3. Aanbeveling 89/542/EEG inzake de etikettering van detergentia die onder het toepassingsgebied van deze verordening vallen wordt hierbij ingetrokken.

Artikel 17
Sancties voor het niet-naleven

1. Uiterlijk op de dag waarop deze verordening in werking treedt stellen de lidstaten de volgende maatregelen vast:
 - passende wettelijke of bestuursrechtelijke maatregelen die van toepassing zijn op het niet-naleven van de bepalingen van deze verordening en
 - afschrikwekkende, effectieve en evenredige sancties voor deze gevallen van niet-naleving.
2. Zij stellen de Commissie daarvan onverwijld in kennis.

Artikel 18
Inwerkingtreding

Deze verordening treedt in werking 18 maanden na haar bekendmaking in het *Publicatieblad van de Europese Gemeenschappen*.

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke lidstaat.

Gedaan te,

Voor het Europees Parlement
De Voorzitter

Voor de Raad
De Voorzitter

BIJLAGE I

A. Lijst van producten die onder de definitie van detergentia vallen

De volgende producten die zeep of andere oppervlakteactieve stoffen bevatten, vallen eveneens onder de definitie van detergentia van Artikel 2, punt 1:

- “hulppreparaten voor het wassen”, bedoeld voor het weken (voorwassen), spoelen of bleken van kleding, huishoudlinnen enz.;
- “wasverzachters”, bedoeld om weefsels anders te doen aanvoelen tijdens procédés die een aanvulling vormen op het wassen van weefsels;
- “reinigingspreparaten”, bedoeld voor allesreinigers voor huishoudelijk gebruik en/of andere oppervlaktereiniging op basis van water (bv. materialen, producten, machines, mechanische toepassingen, vervoermiddelen en bijbehorende apparatuur, instrumenten, apparaten enz.);
- “overige reinigings- en waspreparaten”, bedoeld voor alle overige procédés op basis van water.

B. Normen inzake de accreditering van de laboratoria die bevoegd en gemachtigd zijn tot de nodige dienstverlening om te controleren of EG-detergentia aan de voorschriften van deze verordening en de bijlagen ervan voldoen

1. Toepasselijke normen voor laboratoria:

EN ISO/IEC 17025, Algemene eisen voor de competentie van beproevings- en kalibratielaboratoria.

2. Toepasselijke normen voor accreditatie-instellingen:

EN 45003, Accreditatiesystemen voor kalibratie- en beproevingslaboratoria; Algemene eisen voor bedrijf en erkenning.

BIJLAGE II

Testmethoden voor de primaire biologische afbreekbaarheid van oppervlaktestoffen in detergentia

De primaire biologische afbreekbaarheid wordt gemeten door in biologisch afgebroken vloeistoffen het restniveau van de oorspronkelijke oppervlaktestoffen te bepalen. Deze bijlage begint met een lijst van de gemeenschappelijke testmethoden voor alle klassen oppervlaktestoffen, gevolgd door lijsten van de specifieke analytische testprocedures voor elke klasse oppervlaktestoffen (de letters A tot en met D).

Aan de eisen van de onderstaande tests wordt voldaan indien de volgens de tests gemeten primaire biologische afbreekbaarheid ten minste 80 % bedraagt.

De referentiemethode in deze verordening voor laboratoriumtests voor oppervlaktestoffen is gebaseerd op de in bijlage IX, punt 1, beschreven “bevestigingstestprocedure” van de OESO-methode. Wijzigingen van de bevestigingstestprocedure zijn toegestaan, mits deze overeenkomen met EN ISO 11733.

TESTMETHODEN

1. De OESO-methode, gepubliceerd in het technisch rapport van de OESO van 11 juni 1976 betreffende een voorgestelde methode voor de bepaling van de biologische afbreekbaarheid van oppervlaktestoffen in synthetische was- en reinigingsmiddelen.
2. De in Frankrijk geldende methode, goedgekeurd bij het “arrêté du 24 décembre 1987”, gepubliceerd in het *Journal officiel de la République française* van 30 december 1987, bladzijde 15385, en bij de norm NF 73-260 van juni 1981, gepubliceerd door de Association française de normalisation (AFNOR).
3. De in Duitsland geldende methode, vastgelegd bij de “Verordnung über die Abbaubarkeit anionischer und nichtionischer grenzflächenaktiver Stoffe in Wasch- und Reinigungsmitteln” van 30 januari 1977, gepubliceerd in het *Bundesgesetzblatt*, deel I, bladzijde 244, als gewijzigd bij de “Verordnung zur Änderung der Verordnung” van 18 juni 1980, gepubliceerd in het *Bundesgesetzblatt*, deel I, bladzijde 706.
4. De in het Verenigd Koninkrijk geldende methode “Porous Pot Test”, die is beschreven in het technisch rapport nr. 70 (1978) van het Water Research Centre.
5. De “bevestigingstestprocedure” van de OESO-methode, beschreven in bijlage IX, punt 1 (met mogelijke wijzigingen van de bedrijfsomstandigheden als voorgesteld in EN ISO 11733). Dit is ook de referentiemethode die wordt gebruikt voor het beslechten van geschillen.

A. Analysemethoden voor anionogene oppervlaktestoffen

De bepaling van anionogene oppervlaktestoffen in de tests vindt plaats aan de hand van de analyse op methyleenblauwactieve stof (MBAS) volgens de criteria van bijlage IX, punt 2.

Voor anionogene oppervlakreactieve stoffen die niet reageren op de bovengenoemde MBAS-methode, of indien het omwille van de doelmatigheid of nauwkeurigheid passender is (dit moet worden gemotiveerd), worden passende instrumentele analyses uitgevoerd die specifiek zijn voor de te onderzoeken oppervlakreactieve stof. Op verzoek verstrekt de fabrikant de bevoegde nationale autoriteiten van de lidstaten monsters van de te onderzoeken zuivere oppervlakreactieve stof.

B. Analysemethoden voor niet-ionogene oppervlakreactieve stoffen

De bepaling van niet-ionogene oppervlakreactieve stoffen in de tests vindt plaats aan de hand van de methode voor bismutactieve stof (BiAS) volgens de in bijlage IX, punt 3, beschreven analysemethode.

Voor niet-ionogene oppervlakreactieve stoffen die niet reageren op de bovengenoemde BiAS-methode, of indien het omwille van de doelmatigheid of nauwkeurigheid passender is (dit moet worden gemotiveerd), worden passende instrumentele analyses uitgevoerd die specifiek zijn voor de te onderzoeken oppervlakreactieve stof. Op verzoek verstrekt de fabrikant de bevoegde nationale autoriteiten van de lidstaten monsters van de te onderzoeken zuivere oppervlakreactieve stof.

C. Analysemethoden voor kationogene oppervlakreactieve stoffen

De bepaling van kationogene oppervlakreactieve stoffen in de tests vindt plaats aan de hand van de analyse op disulfineblauwactieve stof (DBAS) volgens de volgende DBAS-methoden:

de in de Bondsrepubliek Duitsland geldende methode, (1989) DIN 38 409 – Ausgabe: 1989-07.

Voor kationogene oppervlakreactieve stoffen die niet reageren op de bovengenoemde testmethode, of indien het omwille van de doelmatigheid of nauwkeurigheid passender is (dit moet worden gemotiveerd), worden passende instrumentele analyses uitgevoerd die specifiek zijn voor de te onderzoeken oppervlakreactieve stof. Op verzoek verstrekt de fabrikant de bevoegde nationale autoriteiten van de lidstaten monsters van de te onderzoeken zuivere oppervlakreactieve stof.

D. Analysemethoden voor amfotere oppervlakreactieve stoffen

De bepaling van amfotere oppervlakreactieve stoffen in de tests vindt plaats aan de hand van de volgende analysemethoden:

1. *indien geen kationogene stoffen aanwezig zijn:*

de in de Bondsrepubliek Duitsland geldende methode, (1989) DIN 38 409 - Teil 20.

2. *anders:*

de Orange II-methode (Boiteux, 1984).

Voor amfotere oppervlakreactieve stoffen die niet reageren op de bovengenoemde tests, of indien het omwille van de doelmatigheid of nauwkeurigheid passender is (dit moet worden gemotiveerd), worden passende instrumentele analyses uitgevoerd die specifiek zijn voor de te onderzoeken oppervlakreactieve stof. Op verzoek verstrekt de fabrikant de bevoegde autoriteiten van de lidstaten monsters van de te onderzoeken zuivere oppervlakreactieve stof.

BIJLAGE III

Testmethoden voor de totale biologische afbreekbaarheid (mineralisatie) van oppervlakteactieve stoffen in detergentia

- A. De referentiemethode in deze verordening voor laboratoriumtests voor de totale biologische afbreekbaarheid van oppervlakteactieve stoffen is gebaseerd op de norm EN ISO 14593: 1999 (CO₂-headspacetest).**

Oppervlakteactieve stoffen in detergentia worden beschouwd als biologisch afbreekbaar indien het volgens een van de vijf onderstaande tests²⁸ gemeten niveau van biologische afbraak (mineralisatie) binnen achtentwintig dagen ten minste 60 % bedraagt:

1. de norm 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). Aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast. (Referentiemethode);
2. methode C.4-C van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V [Kooldioxyde (CO₂) Ontwikkelingstest (Gewijzigde Sturm-test)]: aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast;
3. methode C.4-E van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Gesloten-fles): aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast;
4. methode C.4-D van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Manometrische respirometrie): aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast;
5. methode C.4-F van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (test van het MITI (ministerie van internationale handel en industrie van Japan)): aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast.

- B. Afhankelijke van de fysieke kenmerken van de oppervlakteactieve stof, mag, mits dit afdoende wordt gemotiveerd, een van de onderstaande methoden worden gebruikt²⁹.** Opgemerkt zij dat de eis van ten minste 70 % die voor deze methoden geldt, moet worden beschouwd als equivalent van de eis van ten minste 60 % die geldt voor de onder A genoemde methoden. De passendheid van de keuze van de onderstaande methoden wordt per geval beoordeeld overeenkomstig Artikel 5 van deze verordening.

1. Methode C.4-A van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Opgelost organisch koolstof (DOC) afvlakkingstest): aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast. Als criterium voor de biologische

²⁸ Deze vijf tests worden het meest geschikt geacht voor oppervlakteactieve stoffen.

²⁹ De DOC-methoden kunnen resultaten opleveren over de verwijdering en niet over de totale biologische afbraak. De manometrische-respirometrietest en de MITI-test zijn in sommige gevallen niet geschikt omdat de hoge aanvankelijke testconcentratie een remmende werking kan hebben.

afbreekbaarheid gemeten volgens deze test geldt een niveau van ten minste 70 % binnen achtentwintig dagen.

2. Methode C.4-B van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Gewijzigde OESO-screeningstest): aanpassing vooraf vindt niet plaats. Het beginsel van het venster van tien dagen wordt niet toegepast. Als criterium voor de biologische afbreekbaarheid gemeten volgens deze test geldt een niveau van ten minste 70 % binnen achtentwintig dagen.

N.B. – Alle bovengenoemde methoden van Richtlijn 67/548/EEG zijn ook te vinden in de publicatie *Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union*. Part 2: “Testing Methods”. Europese Commissie 1997. ISBN 92-828-0076-8.

BIJLAGE IV

Aanvullende risicobeoordeling voor oppervlakteactieve stoffen in detergentia

Wanneer voor een oppervlakteactieve stof een milieurisicobeoordeling beschikbaar is in de context van Richtlijn 93/67/EEG, of Verordening (EEG) nr. 793/93 en Verordening (EG) nr. 1488/94, en technische leidraden, moet die risicobeoordeling worden beschouwd in samenhang met de aanvullende risicobeoordeling die in het kader van deze verordening wordt uitgevoerd.

Indien het waarschijnlijk is dat er moeilijk afbreekbare metabolieten ontstaan, moet de in het kader van deze verordening uitgevoerde aanvullende risicobeoordeling worden beschouwd in de context van de beoordelingen die op basis van Richtlijn 93/67/EEG en Verordening (EEG) nr. 793/93 zijn uitgevoerd. Dit moet per geval, en in het bijzonder op grond van de resultaten van de in deel 3 van deze bijlage genoemde tests, worden beoordeeld.

De studie betreft het aquatisch milieucompartiment. Per geval kan het comité aanvullende informatie over specifieke aspecten van de risicobeoordeling vragen. Onder aanvullende informatie kunnen ook andere milieucompartimenten zoals zuiveringsslib en bodem vallen.

Zoals in Artikel 12, lid 2, en Artikel 13 is opgemerkt, kunnen de richtsnoeren in deze bijlage voor de beschikkingen inzake ontheffing indien nodig op basis van de opgedane ervaring worden aangepast.

Het in de Artikelen 5 en 9 genoemde technische dossier bevat ten minste de hieronder beschreven informatie.

1. **Identiteit van de oppervlakteactieve stof** (overeenkomstig de bepalingen van bijlage VII A bij Richtlijn 67/548/EEG).
 - 1.1. *Benaming*
 - 1.1.1. Naam volgens de nomenclatuur van de IUPAC
 - 1.1.2. Andere namen
 - 1.1.3. CAS-nummer en CAS-naam (indien beschikbaar)
 - 1.1.4. EINECS³⁰- of ELINCS³¹-nummers (indien beschikbaar)
 - 1.2. *Molecuulformule en structuurformule*
 - 1.3. *Samenstelling van de oppervlakteactieve stof*

³⁰ European Inventory of Existing Chemical Substances.

³¹ European List of Notified Chemical Substances.

2. **Informatie over de oppervlakteactieve stof**

2.1. *Hoeveelheden van de oppervlakteactieve stof die in detergentia worden gebruikt*

2.2. In dit punt moet voldoende informatie over de gebruikspatronen worden verstrekt om een ruwe maar realistische schatting te kunnen maken van de functie van en de milieublootstelling aan de oppervlakteactieve stof in verband met het gebruik in detergentia. Hierbij gaat het om:

- het belang van de toepassing (maatschappelijke waarde);
- de gebruiksvoorwaarden (lozingsscenario);
- het gebruiksvolume;
- de beschikbaarheid en bruikbaarheid van alternatieven (prestaties en economische overwegingen);
- een evaluatie van relevante milieu-informatie.

3. **Informatie over het mogelijk moeilijk afbreekbare metaboliet**

Er moet informatie over de toxiciteit van testresiduen worden verstrekt. Indien geen gegevens over de identiteit van het residu beschikbaar zijn, kan de in punt 4.2.1 bedoelde informatie worden gevraagd, afhankelijk van het potentiële risico, het belang en de hoeveelheid van de oppervlakteactieve stof die in detergentia wordt gebruikt. Bij conflicten betreffende deze informatie kan overeenkomstig Artikel 12, lid 2, een besluit worden genomen.

4. **Aanvullende studies**

4.1. *Biologische afbreekbaarheidstests*

4.1.1. Vooraf aangepast entmateriaal

Elke in bijlage III beschreven voorkeurstest kan met vooraf aangepast entmateriaal worden uitgevoerd om de relevantie van aanpassing vooraf voor de oppervlakteactieve stof aan te tonen.

4.1.2. Tests voor intrinsieke biologische afbreekbaarheid

Ten minste één van de onderstaande tests moet worden opgenomen:

- methode C.12 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Gewijzigde SCAS-test);
- methode C.9 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V (Zahn-Wellenstest).

Indien niet aan de eisen van de tests voor intrinsieke biologische afbreekbaarheid wordt voldaan, duidt dit op mogelijk moeilijke afbreekbaarheid hetgeen in het algemeen voldoende zal worden geacht om het in de handel brengen van een dergelijke oppervlakteactieve stof te verbieden, tenzij er, overeenkomstig Artikel 5, andere gegronde redenen zijn om een ontheffing te verlenen.

4.1.3. Simulatietests inzake de biologische afbreekbaarheid met actief slib

De onderstaande tests moeten worden opgenomen:

- methode C.10 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V;

(met mogelijke wijzigingen van de bedrijfsomstandigheden als voorgesteld in EN ISO 11733).

Indien niet aan de eisen van de simulatietest inzake de biologische afbreekbaarheid met actief slib wordt voldaan, duidt dit op de mogelijkheid dat er bij de rioolwaterzuivering metabolieten vrijkomen, hetgeen in het algemeen als een aanwijzing zal worden beschouwd dat een vollediger risicobeoordeling nodig is.

4.2. *Toxiciteitstests voor het residu van biologische afbreekbaarheidstests*

Over de toxiciteit van testresiduen moet de volgende informatie worden verstrekt:

4.2.1. Chemische en fysische informatie, zoals:

- identiteit van het metaboliet (en de analytische wijze waarop het is verkregen);
- belangrijke fysisch-chemische eigenschappen (oplosbaarheid in water, verdelingscoëfficiënt octanol/water (Log Po/w enz.)).

4.2.2. Effecten op organismen

Vissen: methode C.1 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen.

Dafnia's: methode C.2 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen.

Algen: methode C.3 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen.

Bacteriën: methode C.11 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen.

4.2.3. Afbraak

Biotisch: methode C.5 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen.

Abiotisch: methode C.7 van Richtlijn 67/548/EEG, bijlage V, wordt aanbevolen. In de verstrekte informatie moet tevens aandacht worden besteed aan de mogelijke bioconcentratie van metabolieten en hun verdeling naar de sedimentfase.

Bovendien wordt aanbevolen om, als bepaalde metabolieten van hormoonontregeling worden verdacht, te bepalen of er schadelijke effecten kunnen optreden, zodra er gevalideerde protocollen voor de beoordeling van dergelijke effecten beschikbaar zijn.

N.B. – Alle bovengenoemde methoden van Richtlijn 67/548/EEG zijn ook te vinden in de publicatie *Classification, Packaging and Labelling of Dangerous Substances in the European Union*. Part 2: "Testing Methods". Europese Commissie 1997. ISBN 92-828-0076-8.

BIJLAGE V

Lijst van oppervlakteactieve stoffen waarvoor ontheffing is verleend

De volgende oppervlakteactieve stoffen in detergentia die voldoen aan de eisen van in bijlage II genoemde tests, maar niet aan de eisen van in bijlage III genoemde tests, mogen op grond van een ontheffing als bedoeld in Artikel 5 en overeenkomstig de procedure van Artikel 12, lid 2, van deze verordening, in de handel worden gebracht:

NAAM volgens de nomenclatuur van de IUPAC	EINECS- of ELINCS- NUMMER	CAS-NUMMER en CAS-NAAM	BEPERKINGEN

De EINECS is de Europese inventaris van bestaande chemische handelsstoffen. Deze inventaris bevat de definitieve lijst van alle stoffen die geacht werden op 18 september 1981 in de Gemeenschap in de handel te zijn.

De ELINCS is de lijst van nieuwe stoffen zoals gedefinieerd in Richtlijn 92/32/EEG van de Raad van 30 april 1992 tot zevende wijziging van Richtlijn 67/548/EEG betreffende de aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen inzake de indeling, de verpakking en het kenmerken van gevaarlijke stoffen³².

³²

PB L 154 van 5.6.1992, blz. 1.

BIJLAGE VI

Lijst van oppervlakteactieve stoffen in detergentia die verboden zijn of aan beperkingen onderworpen zijn

Van de volgende oppervlakteactieve stoffen in detergentia is vastgesteld dat ze niet aan de bepalingen van deze verordening voldoen:

NAAM volgens de nomenclatuur van de IUPAC	EINECS- of ELINCS- NUMMER	CAS-NUMMER en CAS-NAAM	BEPERKINGEN

De EINECS is de Europese inventaris van bestaande chemische handelsstoffen. Deze inventaris bevat de definitieve lijst van alle stoffen die geacht werden op 18 september 1981 in de Gemeenschap in de handel te zijn.

De ELINCS is de lijst van nieuwe stoffen zoals gedefinieerd in Richtlijn 92/32/EEG.

BIJLAGE VII

Lijst van oppervlakteactieve stoffen in detergentia die uit hoofde van de uitvoering van andere Gemeenschapswetgeving verboden zijn of aan beperkingen onderworpen zijn

De volgende lijst van oppervlakteactieve stoffen in detergentia bevat de oppervlakteactieve stoffen die onder deze verordening vallen en krachtens andere Gemeenschapswetgeving, met name Richtlijn 76/769/EEG³³, verboden zijn of aan beperkingen onderworpen zijn:

NAAM volgens de nomenclatuur van de IUPAC	TOEGEPASTE WETGEVING	EINECS- of ELINCS- NUMMER	CAS-NUMMER en CAS-NAAM	BEPERKINGEN

De EINECS is de Europese inventaris van bestaande chemische handelsstoffen. Deze inventaris bevat de definitieve lijst van alle stoffen die geacht werden op 18 september 1981 in de Gemeenschap in de handel te zijn.

De ELINCS is de lijst van nieuwe stoffen zoals gedefinieerd in Richtlijn 92/32/EEG van de Raad.

³³ Hierbij kan worden verwezen naar de verplichting van internationale overeenkomsten en/of organisaties.

BIJLAGE VIII
Etikettering en gegevensblad betreffende bestanddelen

A. Etikettering van gehalten

Zoals voorgeschreven in Artikel 11, lid 3, van deze verordening, gelden de volgende etiketteringsvoorschriften voor de verpakking van detergentia die aan het grote publiek worden verkocht.

De volgende klassen (percentage van het totaalgewicht):

- minder dan 5 %,
- 5 % of meer, maar minder dan 15 %,
- 15 % of meer, maar minder dan 30 %,
- 30 % en meer,

moeten worden gebruikt om het gehalte van de onderstaande bestanddelen te vermelden indien deze in een concentratie van meer dan 0,2 % van het totaalgewicht zijn toegevoegd:

- fosfaten,
- fosfonaten,
- anionogene oppervlakteactieve stoffen,
- kationogene oppervlakteactieve stoffen,
- amfotere oppervlakteactieve stoffen,
- niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen,
- zuurstofbleekmiddelen,
- chloorbleekmiddelen,
- EDTA,
- nitrilotriazijnzuur,
- fenolen en gehalogeneerde fenolen,
- paradichloorbenzeen,
- aromatische koolwaterstoffen,
- alifatische koolwaterstoffen,
- gehalogeneerde koolwaterstoffen,
- zeep,

- zeolieten,
- polycarboxylaten.

Indien andere bestanddelen zijn toegevoegd, worden hiervoor noch de bovenstaande percentageklassen, noch de concentratiedrempel van 0,2 % toegepast. Indien de volgende categorieën bestanddelen zijn toegevoegd, moeten deze ongeacht de concentratie worden vermeld:

- enzymen,
- desinfectiemiddelen.

Indien conserveringsmiddelen zijn toegevoegd, moeten deze ongeacht de concentratie worden vermeld, waarbij waar mogelijk de gemeenschappelijke nomenclatuur overeenkomstig Artikel 8 van Richtlijn 76/768/EEG moet worden gebruikt.

Indien geurstoffen zijn toegevoegd die voorkomen op de lijst van allergene bestanddelen van parfums, voor het eerst vastgesteld door het Wetenschappelijk comité voor cosmetische producten en niet-voedingsproducten in advies SCCNFP/0017/98³⁴, moeten deze ongeacht de concentratie worden vermeld overeenkomstig de door dat comité opgestelde nomenclatuur.

Voor detergentia die bestemd zijn om in de industriële sector te worden gebruikt en niet aan delen van het grote publiek beschikbaar worden gesteld, hoeft niet aan bovenstaande voorschriften te worden voldaan als in de vorm van technische gegevensbladen, veiligheidsgegevensbladen of op een vergelijkbare geschikte manier gelijkwaardige informatie wordt verstrekt.

B. Etikettering van doseringsinformatie

Zoals voorgeschreven in Artikel 11, lid 4, van deze verordening, gelden de volgende etiketteringsvoorschriften voor de verpakking van detergentia die aan het grote publiek worden verkocht. Op de verpakking van detergentia die aan het publiek worden verkocht en bestemd zijn om als wasmiddel te worden gebruikt, moet de volgende informatie worden vermeld:

- de aanbevolen hoeveelheden en/of doseringsvoorschriften, uitgedrukt in milliliters of grammen, voor een standaardwasmachinelading, voor gespecificeerde waterhardheids categorieën, waarbij onderscheid wordt gemaakt tussen wasprocédés met één of twee cyclussen;
- het aantal standaardwasmachineladingen van “normaal bevuild” wasgoed dat met de inhoud van de verpakking kan worden gewassen indien water van gemiddelde hardheid, overeenkomend met 2,5 millimol CaCO₃/l, wordt gebruikt;
- de capaciteit van meegeleverde maatbekers moet ook in milliliters of in grammen worden vermeld.

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

De standaardwasmachinelading bedraagt 4,5 kg droog wasgoed voor wasmiddelen voor witte was en 2,5 kg droog wasgoed voor wasmiddelen voor fijne was, overeenkomstig de definities van Beschikking 1999/476/EG van de Commissie tot vaststelling van de milieucriteria voor de toekenning van de communautaire milieukeur voor wasmiddelen. Wasmiddelen worden als wasmiddel voor witte was beschouwd tenzij de fabrikant of de importeur voornamelijk wijst op de beschermende eigenschappen van het product, dat wil zeggen op het wassen bij lage temperatuur en van delicate weefsels en kleuren.

C. Gegevensblad betreffende bestanddelen

Voor het vermelden van bestanddelen op het in Artikel 9, lid 3, van deze verordening bedoelde gegevensblad gelden de volgende voorschriften.

Het gegevensblad vermeldt de naam van het detergens en van de fabrikant.

Alle bestanddelen worden vermeld; dit gebeurt in afnemende volgorde van het gewicht ervan en de lijst moet worden onderverdeeld in de volgende klassen van gewichtspercentage:

- 10 % of meer,
- 1 % of meer, maar minder dan 10 %,
- 0,1 % of meer, maar minder dan 1 %,
- minder dan 0,1 %.

Onzuiverheden worden niet als bestanddelen beschouwd.

Van elk bestanddeel worden de gangbare chemische naam of de naam volgens de nomenclatuur van de IUPAC³⁵, het CAS-nummer en, indien beschikbaar, de INCI³⁶-naam en de benaming van de Europese Farmacopee vermeld.

³⁵ International Union of Pure and Applied Chemistry.

³⁶ International Nomenclature Cosmetic Ingredient.

BIJLAGE IX

Test- en analysemethoden

De lidstaten gebruiken de volgende test- en analysemethoden voor hun controle op detergentia die in de handel zijn:

1. REFERENTIEMETHODE (bevestigingstest)

1.1. Definitie

Deze methode beschrijft een laboratoriummodel van een actiefslibinstallatie + nabezinktank dat is bedoeld als simulatie van een gemeentelijke rioolwaterzuivering. De beschreven omstandigheden zijn die van richtlijnen die aan deze verordening vooraf zijn gegaan. Op deze testmethode kunnen verbeterde, geavanceerde bedrijfsomstandigheden worden toegepast, als beschreven in EN ISO 11733.

1.2. Benodigde uitrusting

De meetmethode is gebaseerd op het gebruik van een kleine actiefslibinstallatie, die in figuur 1 schematisch is afgebeeld en in figuur 2 gedetailleerder is weergegeven. De apparatuur bestaat uit een afvalwatervat A voor kunstmatig afvalwater, een doseerpomp B, een beluchtingsvat C, een bezinkvat D, een luchtpomp E voor de terugvoer van actief slib en een vergaarbak F voor het opvangen van het behandelde afvalwater.

De vaten A en F moeten van glas of geschikte kunststof zijn gemaakt en een inhoud van ten minste 24 liter hebben. Pomp B zorgt voor regelmatige toevoer van kunstmatig afvalwater naar het beluchtingsvat; bij normaal bedrijf moet dit vat drie liter van het mengsel bevatten. Een plaatje G van gesinterd glas voor de beluchting hangt in vat C op het laagste punt. De hoeveelheid via de beluchtingsinrichting ingeblazen lucht wordt gecontroleerd met een debietmeter H.

1.3. Kunstmatig afvalwater

Voor deze test wordt kunstmatig afvalwater gebruikt. Los per liter leidingwater onderstaande stoffen op:

- 160 mg pepton;
- 110 mg vleesextract;
- 30 mg ureum, $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$;
- 7 mg natriumchloride, NaCl ;
- 4 mg calciumchloride, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;
- 2 mg magnesiumsulfaat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$;
- 28 mg dikaliumwaterstoffosfaat, K_2HPO_4 ;
- en 10 ± 1 mg van de oppervlakteactieve stof.

Het kunstmatige afvalwater wordt elke dag vers bereid.

1.4. Bereiding van de monsters

Niet-samengestelde oppervlakteactieve stoffen worden als zodanig getest. Het actieve gehalte van monsters van de oppervlakteactieve stof moet worden bepaald voor het bereiden van het kunstmatige afvalwater (1.3).

1.5. Werking van de installatie

Om te beginnen worden het beluchtingsvat C en het bezinkvat D gevuld met het kunstmatige afvalwater. Bezinkvat D moet op zodanige hoogte zijn aangebracht dat beluchtingsvat C drie liter water bevat. Inoculatie geschiedt door inbrengen van 3 ml secundair afvalwater van goede kwaliteit, dat vers verzameld is uit een zuiveringsinstallatie die overwegend huishoudelijk afvalwater zuivert. Dit afvalwater moet tussen monsterneming en toepassing onder aërobe omstandigheden worden bewaard. Vervolgens worden beluchtingsinrichting G, luchtpomp E en doseerpomp B in werking gesteld. Het kunstmatige afvalwater moet met een debiet van één liter per uur in beluchtingsvat C stromen; het afvalwater blijft daardoor gemiddeld drie uur in het vat.

De beluchting moet zodanig worden geregeld dat de inhoud van vat C constant in suspensie blijft en het gehalte aan opgeloste zuurstof ten minste 2 mg per liter bedraagt. Schuimvorming moet met geschikte middelen worden tegengegaan. Er mogen evenwel geen antischuimmiddelen worden gebruikt die een remmende werking uitoefenen op het actieve slib of die oppervlakteactieve stoffen bevatten. Luchtpomp E moet zodanig worden ingesteld dat in beluchtingsvat C een doorlopende en regelmatige terugvoer ontstaat van het uit het bezinkvat komende actieve slib. Het zich ophopende slib boven in beluchtingsvat C, onder in bezinkvat D of in het omloopcircuit moet ten minste eenmaal per dag weer in circulatie worden gebracht door roeren of ieder ander geschikt middel. Wanneer het slib niet bezinkt, kan het bezinken ervan worden bevorderd door eventueel herhaalde toevoeging van hoeveelheden van 2 ml van een 5 % ferrichlorideoplossing.

Het uit bezinkvat D stromende water wordt gedurende 24 uur in vat F opgevangen; na verloop van deze tijd wordt een monster getrokken na homogenisatie van het mengsel. Vat F moet dan zorgvuldig worden gereinigd.

1.6. Controle op de meetinrichting

Het gehalte aan oppervlakteactieve stof (in mg/liter) van het kunstmatige afvalwater wordt onmiddellijk voor het gebruik bepaald.

Het gehalte aan oppervlakteactieve stof (in mg/liter) van het uitstromende water dat gedurende 24 uur in vat F is opgevangen moet onmiddellijk na monsterneming op dezelfde wijze analytisch worden bepaald; anders moeten de monsters worden geconserveerd, bij voorkeur door bevriezing. De concentraties moeten worden bepaald op 0,1 mg/liter oppervlakteactieve stof nauwkeurig.

Ter controle van de goede werking van het proces wordt ten minste tweemaal per week het chemisch zuurstofverbruik (CZV) of de opgeloste organische koolstof (DOC) van het zich in vat F bevindende uitstromende door glasvezel gefiltreerde water en van het in vat A opgeslagen gefiltreerde kunstmatige afvalwater gemeten.

De afname van CZV of DOC moet zich stabiliseren wanneer de dagelijkse biologische afbraak van de oppervlakreactieve stof min of meer regelmatig is, dat wil zeggen aan het eind van de in figuur 3 aangegeven beginperiode.

Het gehalte aan droge stof van het actieve slib in het beluchtingsvat moet tweemaal per week worden bepaald (in g/liter). Wanneer dit meer dan 2,5 g/liter bedraagt moet de overmaat aan actief slib worden verwijderd.

De afbreekbaarheidstest wordt uitgevoerd bij kamertemperatuur; deze temperatuur moet gelijkmatig zijn en gehouden worden tussen 19 en 24 °C.

1.7. Berekening van de biologische afbreekbaarheid

Het percentage van biologische afbraak van de oppervlakreactieve stof moet dagelijks worden berekend op basis van het gehalte aan oppervlakreactieve stof (uitgedrukt in mg/liter) van het kunstmatige afvalwater en van de overeenkomstige uitloop in vat F.

De aldus verkregen waarden moeten in een grafiek worden weergegeven als geïllustreerd in figuur 3.

De biologische afbreekbaarheid van de oppervlakreactieve stof wordt berekend als het rekenkundig gemiddelde van de verkregen waarden over 21 dagen volgend op de begin- en acclimatiseringsperiode, gedurende welk tijdvak de biologische afbraak regelmatig moet zijn geweest en de installatie zonder onderbreking goed moet hebben gefunctioneerd. In geen geval mag de beginperiode meer dan zes weken bedragen.

De dagelijkse biologische afbraakwaarden moeten tot op 0,1 % nauwkeurig worden berekend, maar het eindresultaat wordt op het laatste gehele getal afgerond.

In sommige gevallen kan de frequentie van de monsterneming worden verminderd, maar voor de berekening van het gemiddelde moeten ten minste 14 resultaten van monsters worden gebruikt die in de periode van 21 dagen volgend op de beginperiode zijn verzameld.

2. BEPALING VAN ANIONOGENE OPPERVLAKEACTIEVE STOFFEN BIJ BIOLOGISCHE AFBREEKBAARHEIDTESTS

2.1. Principe

Bij deze methode wordt uitgegaan van het feit dat de kationogene kleurstof methyleenblauw met anionogene oppervlakreactieve stoffen blauwe complexen vormt [MBAS³⁷] die met chloroform kunnen worden geëxtraheerd. Om storing te voorkomen wordt eerst geëxtraheerd uit de alkalische oplossing, waarna het extract met de zure methyleenblauwoplossing wordt geschud. De extinctie van de afgescheiden organische fase wordt fotometrisch gemeten bij de golflengte van de maximale extinctie (650 nm) van het complex.

³⁷ MBAS betekent methyleenblauwactieve stoffen.

2.2. Reagentia en apparatuur

2.2.1. Bufferoplossing pH 10

Los 24 g natriumbicarbonaat, NaHCO_3 p.a., en 27 g watervrij natriumcarbonaat (Na_2CO_3) p.a. in gedeïoniseerd water op en vul aan tot 1 000 ml.

2.2.2. Neutrale methyleenblauwoplossing

Los 0,35 g methyleenblauw p.a. in gedeïoniseerd water op en vul aan tot 1 000 ml. Bereid de oplossing ten minste 24 uur voor het gebruik. De extinctie van de blanco chloroformfase, gemeten tegen chloroform, mag niet meer bedragen dan 0,015 per cm dikte van de laag bij 650 nm.

2.2.3. Zure methyleenblauwoplossing

Los 0,35 g methyleenblauw p.a. in 500 ml gedeïoniseerd water op en meng met 6,5 ml H_2SO_4 ($d = 1,84$ g/ml). Vul met gedeïoniseerd water aan tot 1 000 ml. Bereid de oplossing ten minste 24 uur voor het gebruik. De extinctie van de blanco chloroformfase, gemeten tegen chloroform, mag niet meer bedragen dan 0,015 per cm dikte van de laag bij 650 nm.

2.2.4. Chloroform (trichloormethaan) p.a., vers gedestilleerd

2.2.5. Dodecylbenzeensulfonzuurmethylester

2.2.6. Oplossing van kaliumhydroxyde in ethanol, KOH 0,1 M

2.2.7. Zuiver ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

2.2.8. Zwavelzuur, H_2SO_4 0,5 M

2.2.9. Fenolftaleïenoplossing

Los 1 g fenolftaleïen in 50 ml ethanol op en voeg onder voortdurend roeren 50 ml gedeïoniseerd water toe. Filtreer de oplossing.

2.2.10. Zoutzuur in methanol: 250 ml zoutzuur p.a. en 750 ml methanol

2.2.11. Scheitrechter van 250 ml

2.2.12. Maatkolf van 50 ml

2.2.13. Maatkolf van 500 ml

2.2.14. Maatkolf van 1 000 ml

2.2.15. Kolf met ronde bodem van 250 ml, met ingeslepen stop en terugvloeikoeler; kooksteentjes

2.2.16. pH-meter

2.2.17. Fotometer voor metingen bij 650 nm, met cuvetten van 1 tot 5 cm

2.2.18. Kwalitatief filterpapier

2.3. Methode

De analysemonsters mogen niet door een schuimlaag worden genomen.

Na een grondige reiniging met water, moet de bij de analyse gebruikte apparatuur grondig met een oplossing van zoutzuur in methanol (2.2.10) en vervolgens met gedeïoniseerd water worden uitgespoeld voor het gebruik.

Filtreer de te onderzoeken in- en uitloop van de actiefslibinstallatie onmiddellijk na de monsterneming. Gooi de eerste 100 ml van de filtraten weg.

Breng een afgemeten, zo nodig geneutraliseerde hoeveelheid van het monster in een scheitrechter van 250 ml (2.2.11). De hoeveelheid monster moet tussen de 20 en de 150 µg MBAS bevatten. Bij een lager MBAS-gehalte kan tot 100 ml van het monster worden gebruikt. Bij gebruik van minder dan 100 ml moet met gedeïoniseerd water tot 100 ml worden aangevuld. Voeg aan het monster 10 ml van de bufferoplossing (2.2.1), 5 ml van de neutrale methyleenblauwoplossing (2.2.2) en 15 ml chloroform (2.2.4) toe. Schud het mengsel gelijkmatig en niet te krachtig gedurende 1 minuut. Laat na de scheiding van de fasen de chloroformlaag in een tweede scheitrechter lopen, die 110 ml gedeïoniseerd water en 5 ml zure methyleenblauwoplossing (2.2.3) bevat. Schud het mengsel gedurende 1 minuut. Laat de chloroformlaag over een van tevoren met alcohol gewassen en met chloroform bevochtigd wattenfilter percoleren in een maatkolf (2.2.12).

Extraheer de alkalische en zure oplossingen driemaal, bij de tweede en derde extractie met 10 ml chloroform. Filtreer de verenigde chloroformextracten over dezelfde wattenfilter en vul met de chloroform die voor het nawassen van de watten werd gebruikt tot de streep aan in de kolf van 50 ml (2.2.12). Meet de extinctie van de chloroformoplossing met een fotometer bij 650 nm in cuvetten van 1 tot 5 cm tegen chloroform. Pas de gehele procesgang toe op een blancobepaling.

2.4. IJkcurve

Bereid een ijkoplossing uit de standaardstof dodecylbenzeensulfonzuurmethylester (tetrapropyleen type PM 340) na omzetting in het kaliumzout. De MBAS wordt uitgedrukt als natriumdodecylbenzeensulfonaat (PM 348).

Weeg 400 tot 450 mg dodecylbenzeensulfonzuurmethylester (2.2.5) tot op 0,1 mg nauwkeurig in een kolf met ronde bodem en voeg 50 ml van de oplossing van kaliumhydroxide in ethanol (2.2.6), alsmede enkele kooksteentjes toe. Laat na aanbrenging van de terugvloeikoeler 1 uur koken. Was na het koelen de koeler en het verbindingstuk van geslepen glas met ongeveer 30 ml ethanol en voeg de wasvloeistof toe aan de inhoud van de kolf. Titreer de oplossing met zwavelzuur tegen fenolftaleïne totdat deze kleurloos is. Breng deze oplossing over in een maatkolf van 1 000 ml (2.2.14), vul met gedeïoniseerd water aan tot de streep en meng.

Een deel van deze oppervlakteactieve voorraadoplossing wordt daarna verder verdund. Neem 25 ml af, breng deze over in een maatkolf van 500 ml (2.2.13), vul met gedeïoniseerd water tot de streep en meng.

Deze standaardoplossing bevat:

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

waarbij: E = gewicht van het monster in mg.

Neem voor de ijkcurve achtereenvolgens hoeveelheden van 1, 2, 4, 6 en 8 ml van de standaardoplossing en vul telkens met gedeïoniseerd water aan tot 100 ml. Ga vervolgens te werk zoals in punt 2.3 is beschreven, met inbegrip van een blancobepaling.

2.5. Berekening van de resultaten

De hoeveelheid anionogene oppervlakteactieve stof (MBAS) in het monster wordt afgelezen van de ijkcurve (2.4). Het MBAS-gehalte van het monster wordt verkregen aan de hand van de volgende formule:

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

waarbij: V = de gebruikte hoeveelheid monster in ml.

Geef de resultaten weer in natriumdodecylbenzeensulfonaat (PM 348).

2.6. Weergave van de resultaten

Geef de resultaten weer in MBAS mg/liter en wel tot op 0,1 mg/liter nauwkeurig.

3. BEPALING VAN NIET-IONOGENE OPPERVLAKTEACTIEVE STOFFEN BIJ BIOLOGISCHE AFBREEKBAARHEIDSTESTS

3.1 Principe

De oppervlakteactieve stoffen worden door gasstripping geconcentreerd en geïsoleerd. Bij het gebruikte monster moet de hoeveelheid niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen gelegen zijn tussen 250 en 800 µg.

De gestripte oppervlakteactieve stof wordt in ethylacetaat opgelost.

Na faseafscheiding en verdamping van het oplosmiddel wordt de niet-ionogene oppervlakteactieve stof in een oplossing in water geprecipiteerd door toevoeging van gewijzigd Dragendorff-reagens ($\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ijsazijn}$).

Het precipitaat wordt gefiltreerd, met ijsazijn gewassen en in een ammoniumtartraatoplossing opgelost. Het bismut in de oplossing wordt potentiometrisch getitreerd met een pyrolidinedithiocarbamaatoplossing (pH 4-5), waarbij gebruik wordt gemaakt van een blank-platina-indicatorelektrode en een kalomel- of zilver/zilverchloridereferentie-elektrode. De methode is van toepassing op niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen die 6-30 alkeenoxylgroepen bevatten.

Het resultaat van de titratie wordt met de empirische factor 54 vermenigvuldigd voor omzetting in de referentiestof nonylfenol, gecondenseerd met 10 mol ethyleenoxylde (NP 10).

3.2. Reagentia en apparatuur

Reagentia moeten worden aangelengd met gedeïoniseerd water.

3.2.1. *Zuiver ethylacetaat, vers gedestilleerd*

3.2.2. *Natriumbicarbonaat, NaHCO_3 p.a.*

3.2.3. *Verdund zoutzuur [20 ml geconcentreerd zoutzuur (HCl), verdund tot 1 000 ml met water]*

3.2.4. *Methanol p.a., vers gedestilleerd en in een glazen fles bewaard*

3.2.5. *Broomkresolpurper, 0,1 g in 100 ml methanol*

3.2.6. *Neerslagmiddel: het neerslagmiddel is een mengsel van twee volumedelen oplossing A en een volumedeel oplossing B. Het mengsel wordt in een bruine fles bewaard en kan tot een week na de vermenging worden gebruikt.*

3.2.6.1. *Oplossing A*

Los 1,7 g basisch bismutnitraat, $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ p.a., in 20 ml ijsazijn op en vul aan met water tot 100 ml. Los vervolgens 65 g kaliumjodide p.a. in 200 ml water op. Vermeng deze twee oplossingen in een maatkolf van 1 000 ml, voeg aan het mengsel 200 ml ijsazijn (3.2.7) toe en vul aan met water tot 1 000 ml.

3.2.6.2. *Oplossing B*

Los 290 g bariumchloride, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a., op in 1 000 ml water.

3.2.7. *IJsazijn 99-100 % (lagere concentraties zijn ongeschikt)*

3.2.8. *Ammoniumtartraatoplossing: vermeng 12,4 g wijnsteen zuur p.a. en 12,4 ml ammoniumoplossing p.a. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) en vul tot 1 000 ml aan met water (of gebruik een equivalente hoeveelheid ammoniumtartraat p.a.).*

3.2.9. *Verdunde ammoniakoplossing: 40 ml ammoniakoplossing p.a. ($d = 0,910 \text{ g/ml}$) die met water wordt verdund tot 1 000 ml.*

3.2.10. *Acetaatbuffer: los in een bekersglas 40 g vast natriumhydroxyde p.a. in 500 ml water op en laat afkoelen. Voeg hieraan 120 ml ijsazijn (3.2.7) toe. Meng grondig, laat afkoelen en giet over in een maatkolf van 1 000 ml. Vul tot de streep aan met water.*

3.2.11. *Pyrolidinedithiocarbamaatoplossing (staat bekend als "carbaatoplossing"): los 103 mg natriumpyrolidinedithiocarbamaat, $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, in ongeveer 500 ml water op, voeg er 10 ml n-amylalcohol p.a. en 0,5 g NaHCO_3 p.a. aan toe en vul aan tot 1 000 ml met water.*

3.2.12. *Kopersulfaatoplossing (voor standaardisatie van 3.2.11).*

VOORRAADOPLOSSING

Meng 1 249 g kopersulfaat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p.a., met 50 ml 0,5 M zwavelzuur en vul aan tot 1 000 ml met water.

STANDAARDOPLOSSING

Meng 50 ml voorraadoplossing met 10 ml 0,5 M H_2SO_4 en vul aan tot 1 000 ml met water.

3.2.13. *Natriumchloride p.a.*

3.2.14. *Gasstripper* (zie figuur 5)

De diameter van de schijf van gesinterd materiaal moet gelijk zijn aan de binnendiameter van de cilinder.

3.2.15. *Scheitrechter van 250 ml*

3.2.16. *Magneetroerder met magneet van 25-30 mm*

3.2.17. *Goochkroes, diameter van de geperforeerde bodem = 25 mm, type G4*

3.2.18. *Rond filtreerpapier van glasvezel, diameter 27 mm met vezeldiameter 0,3-1,5 μ m*

3.2.19. *Twee filtreerkolven met verbindingsstuk en rubberhals, van respectievelijk 500 ml en 250 ml*

3.2.20. *Registrerende potentiometer met een blank-platina-indicatorelektrode en een kalomel- of zilver/zilverchloridereferentie-elektrode met een meetgebied van 250 mV en met een automatische buret met een inhoud van 20-25 ml, of soortgelijke, met de hand bediende apparatuur*

3.3. **Methode**

3.3.1. *Concentratie en afscheiding van de oppervlakteactieve stof*

Filtreer het waterige monster over kwalitatief filtreerpapier. Gooi de eerste 100 ml van het filtraat weg.

Breng in de stripper, na spoeling met ethylacetaat, een zodanig afgemeten hoeveelheid van het monster dat dit 250-800 μ g niet-ionogene oppervlakteactieve stof bevat.

Voeg hieraan, om de afscheiding te bevorderen, 100 g natriumchloride en 5 g natriumbicarbonaat toe.

Indien het volume van het monster meer dan 500 ml bedraagt, moeten deze zouten in vaste vorm aan de stripper worden toegevoegd en een en ander worden opgelost door stikstof of lucht door het apparaat te laten stromen.

Indien gebruik wordt gemaakt van een kleiner monster moeten de zouten in 400 ml water worden opgelost en vervolgens aan de stripper worden toegevoegd.

Voeg water toe om het niveau tot aan de bovenste afsluiter te brengen.

Voeg voorzichtig een laag van 100 ml ethylacetaat toe boven het water.

Vul de wasfles in de gasleiding (stikstof of lucht) voor tweederde met ethylacetaat.

Laat een gasstroom van 30-60 liter/uur door de stripper gaan; hierbij verdient het aanbeveling een debietmeter te gebruiken. De doorstroomsnelheid moet in het begin geleidelijk worden opgevoerd. De gastoevoersnelheid moet zodanig zijn geregeld dat de fasen merkbaar gescheiden blijven om de vermenging van de fasen en de oplossing van het ethylacetaat in het water zo klein mogelijk te houden. Sluit de gasstroom na vijf minuten.

Indien er een vermindering van het volume van de organische fase door oplossing in water met meer dan 20 % plaatsvindt, moet het verwijderen worden herhaald met een zwakkere gasstroom.

Laat de organische fase in een scheitrechter aflopen. Breng het water in de scheitrechter dat afkomstig is van de waterige fase - dit mag slechts een hoeveelheid van enkele ml zijn - terug in de stripper. Filtreer de ethylacetaatfase over droog kwalitatief filtreerpapier in een bekeerglas van 250 ml.

Breng nog 100 ml ethylacetaat in de stripper en laat er opnieuw gedurende vijf minuten stikstof of lucht doorstromen. Laat de organische fase afvloeien in de scheitrechter waarvan gebruik werd gemaakt bij de eerste scheiding, werp de waterige fase weg en laat de organische fase door dezelfde filter stromen als de eerste ethylacetaathoeveelheid. Spoel zowel scheitrechter als filter uit met 20 ml ethylacetaat.

Damp het ethylacetaatextract volledig in met behulp van een waterbad (zuurkast). Laat een lichte luchtstroom over het oppervlak van de oplossing gaan om de verdamping te bespoedigen.

3.3.2. *Precipitatie en filtratie*

Los het droge residu van 3.3.1 in 5 ml methanol op, voeg 40 ml water en 0,5 ml verdund HCl (3.2.3) toe en roer het mengsel om met een magneetroerder.

Voeg aan deze oplossing 30 ml neerslagmiddel (3.2.6) uit een maatcilinder toe. Het precipitaat vormt zich na herhaald roeren. Laat het mengsel na tien minuten roeren ten minste vijf minuten staan.

Filtreer het mengsel door een Goochkroes, waarvan de bodem bedekt is met filtreerpapier van glasvezel. Was eerst de filter onder afzuiging met ongeveer 2 ml ijsazijn. Was vervolgens het bekeerglas, de magneet en de kroes grondig met ijsazijn, waarvan men ongeveer 40-50 ml nodig heeft. Het is niet noodzakelijk het precipitaat dat aan de wanden van het bekeerglas kleeft kwantitatief in de filter over te brengen, omdat de oplossing van het precipitaat voor de titratie weer in het bij de precipitatie gebruikte bekeerglas wordt overgebracht en het resterende precipitaat daarna opgelost zal worden.

3.3.3. *Oplossing van het precipitaat*

Los het precipitaat op in de filterkroes door toevoeging van de hete (ongeveer 80 °C) ammoniumtartraatoplossing (3.2.8) in drie gedeelten van elk 10 ml. Laat elk gedeelte enkele minuten in de kroes staan alvorens het door de filter wordt afgezogen in de fles.

Breng de inhoud van de filtreerkolf in het bekeerglas waarvan gebruik werd gemaakt bij de precipitatie. Spoel de wanden van het bekeerglas af met nogmaals 20 ml tartraatoplossing om de rest van het precipitaat op te lossen.

Was de kroes, het verbindingsstuk en de filtreerkolf zorgvuldig met 150-200 ml water en breng het spoelwater terug in het bekeerglas dat bij de precipitatie werd gebruikt.

3.3.4 *Titratie*

Roer de oplossing om met een magneetroerder (3.2.16), voeg er enkele druppels broomkresolpurper (3.2.5) aan toe en vervolgens de verdunde ammoniakoplossing (3.2.9)

totdat de oplossing een paarse kleur vertoont (de oplossing is aanvankelijk zwak zuur door het azijnzuuresidu waarvan gebruik werd gemaakt bij het uitspoelen).

Voeg vervolgens 10 ml acetaatbuffer (3.2.10) toe, dompel de elektroden in de oplossing en titreer potentiometrisch met standaard “carbaatoplossing” (3.2.11), waarbij het uiteinde van de buret in de oplossing is ondergedompeld.

De titreersnelheid mag niet meer bedragen dan 2 ml/min.

Het eindpunt wordt gevormd door het snijpunt van de raaklijnen aan de twee takken van de potentiaalkromme. Soms vervlakt de buiging in de potentiaalkromme; dit kan worden voorkomen door zorgvuldige reiniging van de platina-elektrode (schuren met amarilpapier).

3.3.5. *Blancobepalingen*

Pas tegelijkertijd de gehele procesgang toe op een blancobepaling met 5 ml methanol en 40 ml water, overeenkomstig de instructies die in punt 3.3.2 zijn gegeven. Bij titratie moet men beneden de 1 ml blijven omdat anders de zuiverheid van de reagentia (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), met name het gehalte ervan aan zware metalen, verdacht is en dan moeten zij worden vervangen. Met deze blancobepaling moet bij de berekening van de resultaten rekening worden gehouden.

3.3.6. *Bepaling van de factor van de “carbaatoplossing”*

Bepaal dagelijks voor gebruik de factor van de carbaatoplossing. Titreer daarvoor 10 ml van de kopersulfaatoplossing (3.2.12) met “carbaatoplossing” na toevoeging van 100 ml water en 10 ml acetaatbuffer (3.2.10). Indien de gebruikte hoeveelheid a ml is, dan is factor f :

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

Alle resultaten van de titratie moeten met deze factor worden vermenigvuldigd.

3.4. **Berekening van de resultaten**

Elke niet-ionogene oppervlakteactieve stof heeft een eigen omrekeningsfactor, die wordt bepaald door zijn samenstelling, in het bijzonder de lengte van de alkeenoxylketen. Het gehalte aan niet-ionogene oppervlakteactieve stof wordt gerelateerd aan een standaardstof - een nonylfenol met tien ethyleenoxylde-eenheden (NP 10) - waarvan de omrekeningsfactor 0,054 bedraagt.

Met behulp van deze factor wordt de hoeveelheid in het monster aanwezige oppervlakteactieve stof gevonden en in mg NP 10-equivalent uitgedrukt aan de hand van de volgende formule:

$$(b - c) \cdot f \cdot 0,054 = \text{mg niet-ionogene oppervlakteactieve stof als NP 10}$$

waarbij:

b = het volume “carbaatoplossing” gebruikt voor het monster (ml),

c = het volume “carbaatoplossing” gebruikt voor de blancobepaling (ml),

f = de factor van de “carbaatoplossing”.

3.5 Weergave van de resultaten

Geef de resultaten weer in mg/liter als NP 10 en wel tot op 0,1 nauwkeurig.

4. VOORBEHANDELING VAN DE TE ONDERZOEKEN ANIONOGENE OPPERVLAKTEACTIEVE STOFFEN

4.1. Inleiding

4.1.1. Behandeling van de monsters

Op de anionogene oppervlakteactieve stoffen en detergentia moet de volgende behandeling worden toegepast voordat de biologische afbreekbaarheid wordt bepaald door middel van de bevestigingstest:

PRODUCTEN	BEHANDELING
Anionogene oppervlakteactieve stoffen	Geen
Detergentia	Alcoholextractie en vervolgens afscheiding van de anionogene oppervlakteactieve stoffen door ionenwisseling

Het doel van de alcoholextractie is het verwijderen van de onoplosbare en anorganische bestanddelen uit het handelsproduct; genoemde bestanddelen kunnen namelijk in sommige omstandigheden de biologische afbreekbaarheidstest verstoren.

4.1.2. Ionenwisselingsproces

Voor een goede uitvoering van biologische afbreekbaarheidstests is het nodig de anionogene oppervlakteactieve stoffen uit zeep en uit niet-ionogene en kationogene oppervlakteactieve stoffen te isoleren en af te scheiden.

Een en ander wordt bereikt door toepassing van een ionenwisselingstechniek waarbij gebruik wordt gemaakt van macroporeus wisselingshars en van elutie. Zeep, anionogene en niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen kunnen aldus in één proces worden afgezonderd.

4.1.3. Analytische controle

Na homogenisatie wordt het gehalte aan anionogene oppervlakteactieve stoffen in het detergens bepaald volgens de MBAS-analysemethode. Het zeepgehalte wordt aan de hand van een geschikte analysemethode bepaald. Deze analyse van de producten is noodzakelijk om de hoeveelheden te berekenen die nodig zijn om de fracties voor de biologische afbreekbaarheidstest te bereiden.

Kwantitatieve extractie is niet noodzakelijk; ten minste 80 % van de anionogene oppervlakteactieve stoffen moet echter worden geëxtraheerd. Doorgaans wordt 90 % of meer verkregen.

4.2. Principe

Uit een homogeen monster (poeders, gedroogde pasta's en gedroogde vloeistoffen) wordt een ethanolextract verkregen, dat de oppervlakteactieve stoffen, zeep en andere in alcohol oplosbare bestanddelen van het monster van het detergens bevat.

Het ethanolextract wordt ingedampt en opgelost in een mengsel van isopropanol en water, waarna men de verkregen oplossing laat percoleren over een combinatie van een sterk zure kationenwisselaar en een macroporeuze anionenwisselaar, die tot 50 °C wordt verhit. Deze temperatuur is noodzakelijk om precipitatie van vetzuren in zure media te voorkomen.

De niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen blijven in de uitlopende vloeistof.

De zeep-vetzuren worden door extractie met CO₂-bevattend ethanol afgescheiden. Daarna worden de anionogene oppervlakteactieve stoffen door elutie met een waterige oplossing van ammoniumbicarbonaat in isopropanol als ammoniumzouten verkregen. Deze ammoniumzouten worden gebruikt voor de afbreekbaarheidstest.

Kationogene oppervlakteactieve stoffen die de biologische afbreekbaarheidstest en het analyseproces zouden kunnen verstoren, worden verwijderd door de kationenwisselaar, die op de anionenwisselaar wordt geplaatst.

4.3. Chemicaliën en apparatuur

4.3.1. Gedeïoniseerd water

4.3.2. Ethanol, 95 % (v/v) C₂H₅OH (toegestaan denatureringsmiddel: methylethylketon of methanol)

4.3.3. Mengsel van isopropanol en water (50/50 v/v):

- 50 volumedelen isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, en
- 50 volumedelen water (4.3.1).

4.3.4. Oplossing van kooldioxide in ethanol (ongeveer 0,1 % CO₂): laat via een afloopbuis met een ingebouwd gesinterd glasplaatje kooldioxide, CO₂, over het ethanol (4.3.2) percoleren gedurende tien minuten. De oplossing moet onmiddellijk voor het gebruik worden bereid.

4.3.5. Ammoniumbicarbonaatoplossing (60/40 v/v): 0,3 mol NH₄HCO₃ in 1 000 ml van een mengsel van isopropanol en water, bestaande uit 60 volumedelen isopropanol en 40 volumedelen water (4.3.1)

4.3.6. Kationenwisselaar (KAT), sterk zuur, bestand tegen alcohol (50-100 mesh)

4.3.7. Anionenwisselaar (AAT), macroporeus, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) of equivalent

4.3.8. Zoutzuur, 10 % HCl g/g

4.3.9. Kolf met ronde bodem van 2 000 ml, met ingeslepen stop en terugvloeikoeler

4.3.10. Zuigfilter met een diameter van 90 mm (verwarmbaar) voor papieren filters

4.3.11. Filtreerkolf van 2 000 ml

4.3.12. Wisselingskolommen met verhittingsmantel en kraan: binnenbuis: diameter 60 mm en hoogte 450 mm (zie figuur 4)

4.3.13. Waterbad

4.3.14. Vacuümdroogoven

4.3.15. Thermostaat

4.3.16. Rotatieverdamer

4.4. **Bereiding van het extract en afscheiding van de anionogene oppervlakteactieve stoffen**

4.4.1. *Bereiding van het extract*

De voor de biologische afbreekbaarheidstest benodigde hoeveelheid oppervlakteactieve stoffen bedraagt ongeveer 50 g MBAS.

Normaal zal de hoeveelheid product waaruit wordt geëxtraheerd niet meer dan 1 000 g bedragen, maar het kan nodig zijn aanvullende hoeveelheden van het monster te behandelen. Om praktische redenen zal de bovengrens meestal bij 5 000 g liggen.

Uit ervaring is gebleken dat het aanbeveling verdient verscheidene kleine extracties uit te voeren in plaats van één grote. De aangegeven hoeveelheden wisselaar hebben het vermogen 600-700 mmol oppervlakteactieve stoffen en zeep af te scheiden.

4.4.2. *Isolatie van in alcohol oplosbare bestanddelen*

Voeg aan 1 250 ml ethanol 250 g van het te onderzoeken detergens toe, breng dit mengsel aan de kook en laat het gedurende een uur onder terugloop al roerend koken. Laat de hete alcoholische oplossing lopen over een grove zuigfilter verhit tot 50 °C en zuig vlug af. Was kolf en zuigfilter met ongeveer 200 ml hete ethanol. Vang filtraat en filterwaswater op in een filtreerkolf.

Indien dikvloeibare of vloeibare producten worden onderzocht, moet men zich ervan vergewissen dat het monster niet meer dan 55 g anionogene oppervlakteactieve stoffen en 35 g zeep bevat. Damp dit gewogen monster volledig in. Los het residu op in 2000 ml ethanol en ga te werk zoals hierboven is beschreven.

Voor poeders met een laag schudgewicht (< 300 g/l) wordt aanbevolen een ethanol/monsterverhouding van 20:1 te gebruiken. Damp het ethanolbevattend filtraat volledig in, bij voorkeur met een rotatieverdamer. Herhaal een en ander indien een grotere hoeveelheid extract nodig is. Los het residu op in 5 000 ml van een mengsel van isopropanol en water.

4.4.3. *Vorbereitung van de ionenwisselingskolommen*

KATIONENWISSELINGSKOLOM

Breng 600 ml kationenwisselingshars (4.3.6) in een bekerglas van 3 000 ml en dek af door toevoeging van 2 000 ml zoutzuur (4.3.8). Laat dit ten minste twee uur staan, waarbij af en toe wordt geroerd. Giet het zuur af en breng het hars met gedeïoniseerd water in de kolom (4.3.12) over. De kolom moet een stop van glaswol bevatten. Was de kolom met gedeïoniseerd water met een snelheid van 10-30 ml/min tot het eluaat chloridevrij is.

Verplaats het water met 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (4.3.3) met een snelheid van 10-30 ml/min. De wisselingskolom is nu gebruiksklaar.

ANIONENWISSELINGSKOLOM

Breng 600 ml anionenwisselingshars (4.3.7) in een bekersglas van 3 000 ml en dek af door toevoeging van 2 000 ml gedeïoniseerd water. Laat het hars gedurende ten minste twee uur opzwellen. Breng het hars met gedeïoniseerd water in de kolom over. De kolom moet een stop van glaswol bevatten.

Was de kolom met 0,3 M ammoniumbicarbonaatoplossing (4.3.5) tot deze chloridevrij is. Hiervoor is ongeveer 5 000 ml oplossing nodig. Was opnieuw met 2 000 ml gedeïoniseerd water. Verplaats het water met 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (4.3.3) met een snelheid van 10-30 ml/min. De wisselingskolom vertoont nu de OH-vorm en is gebruiksklaar.

4.4.4. Ionenwisselingsproces

Verbind de wisselingskolommen op een zodanige wijze dat de kationenwisselingskolom zich op de anionenwisselingskolom bevindt. Verhit de wisselingskolommen tot 50 °C, waarbij gebruik wordt gemaakt van een thermostaat. Verhit 5 000 ml van de in punt 4.4.2 verkregen oplossing tot 60 °C en laat de oplossing door de wisselaarscombinatie lopen met een snelheid van 20 ml/min. Was de kolommen met 1 000 ml van het hete mengsel van isopropanol en water (4.3.3).

Maak om de anionogene oppervlakteactieve stoffen (MBAS) te verkrijgen de KAT-kolom los. Elueer met 5 000 ml ethanol/CO₂-oplossing bij 50 °C (4.3.4) de zeep-vetzuren uit de KAT-kolom. Verwijder het eluaat.

Elueer vervolgens de MBAS uit de AAT-kolom met 5 000 ml ammoniumbicarbonaatoplossing (4.3.5). Damp het eluaat volledig in met behulp van een stoombad of in een rotatieverdamer. Het residu bevat de MBAS (als ammoniumzout) en eventueel niet-oppervlakteactieve anionogene stoffen waarvan geen nadelige invloed uitgaat op de biologische afbreekbaarheidstest. Voeg aan het residu gedeïoniseerd water toe totdat een bepaald volume is bereikt en bepaal het MBAS-gehalte in een aliquot deel. De oplossing wordt gebruikt als standaardoplossing van de anionogene detergentia voor de biologische afbreekbaarheidstest. De oplossing moet bij een temperatuur van minder dan 5 °C worden bewaard.

4.4.5. Regeneratie van de ionenwisselingsharsen

De kationenwisselaar wordt na gebruik weggegooid.

Het anionenwisselingshars wordt geregenereerd door een aanvullende hoeveelheid ammoniumbicarbonaatoplossing (4.3.5) door de kolom te laten lopen met een snelheid van ongeveer 10 ml/min, totdat het eluaat vrij is van anionogene oppervlakteactieve stoffen (methyleenblauwtest). Laat vervolgens 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (4.3.3) door de anionenwisselaar lopen om door te spoelen. De anionenwisselaar is opnieuw gebruiksklaar.

5. VOORBEHANDELING VAN DE TE ONDERZOEKEN NIET-IONOGENE OPPERVLAKTEACTIEVE STOFFEN

5.1. Inleiding

5.1.1 Behandeling van de monsters

Op de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen en detergentia moet de volgende behandeling worden toegepast voordat de biologische afbreekbaarheid wordt bepaald door middel van de bevestigingstest:

PRODUCTEN	BEHANDELING
Niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen	Geen
Detergentia	Alcoholextractie en vervolgens afscheiding van de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen door ionenwisseling

Het doel van de alcoholextractie is het verwijderen van de onoplosbare en anorganische bestanddelen uit het handelsproduct; genoemde bestanddelen kunnen namelijk in sommige omstandigheden de biologische afbreekbaarheidstest verstoren.

5.1.2. Ionenwisselingsproces

Voor een goede uitvoering van biologische afbreekbaarheidstests is het nodig de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen uit zeep en uit anionogene en kationogene oppervlakteactieve stoffen te isoleren en af te scheiden.

Een en ander wordt bereikt door toepassing van een ionenwisselingstechniek waarbij gebruik wordt gemaakt van macroporeus wisselingshars en van elutie. Zeep, anionogene en niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen kunnen aldus in één proces worden afgezonderd.

5.1.3. Analytische controle

Na homogenisatie wordt het gehalte aan anionogene en niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen in het detergens bepaald volgens de MBAS- en BiAS-analysemethode. Het zeepgehalte wordt aan de hand van een geschikte analysemethode bepaald.

Deze analyse van het product is noodzakelijk om de hoeveelheden te berekenen die nodig zijn om de fracties voor de biologische afbreekbaarheidstests te bereiden.

Kwantitatieve extractie is niet noodzakelijk; ten minste 80 % van de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen moet echter worden geëxtraheerd. Doorgaans wordt 90 % of meer verkregen.

5.2. Principe

Uit een homogeen monster (poeders, gedroogde pasta's en gedroogde vloeistoffen) wordt een ethanolextract verkregen, dat de oppervlakteactieve stoffen, zeep en andere in alcohol oplosbare bestanddelen van het monster van het detergens bevat.

Het ethanolextract wordt volledig ingedampt en opgelost in een mengsel van isopropanol en water, waarna men de verkregen oplossing laat percoleren over een combinatie van een sterk zure kationenwisselaar en een macroporeuze anionenwisselaar, die tot 50 °C wordt verhit.

Deze temperatuur is noodzakelijk om precipitatie van vetzuren in zure media te voorkomen. De niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen worden door verdamping van de uitlopende vloeistof verkregen.

Kationogene oppervlakteactieve stoffen, die de biologische afbreekbaarheidstest en het analyseproces zouden kunnen verstoren, worden verwijderd door de kationenwisselaar, die op de anionenwisselaar wordt geplaatst.

5.3. Chemicaliën en apparatuur

5.3.1. *Gedeïoniseerd water*

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

5.3.3. *Mengsel van isopropanol en water (50/50 v/v):*

- 50 volumedelen isopropanol, CH₃CHOH.CH₃, en
- 50 volumedelen water (5.3.1).

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

0,3 mol NH₄HCO₃ in 1 000 ml van een mengsel van isopropanol en water, bestaande uit 60 volumedelen isopropanol en 40 volumedelen water (5.3.1).

5.3.5. *Kationenwisselaar (KAT), sterk zuur, bestand tegen alcohol (50-100 mesh)*

5.3.6. *Anionenwisselaar (AAT), macroporeus, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) of equivalent*

5.3.7. *Zoutzuur, 10 % HCl g/g*

5.3.8. *Kolf met ronde bodem van 2 000 ml, met ingeslepen stop en terugvloeikoeler*

5.3.9. *Zuigfilter met een diameter van 90 mm (verwarmbaar) voor papieren filters*

5.3.10. *Filtreerkolf van 2 000 ml*

5.3.11. *Wisselingskolommen met verhittingsmantel en kraan: binnenbuis: diameter 60 mm en hoogte 450 mm (zie figuur 4)*

5.3.12. *Waterbad*

5.3.13. *Vacuümdroogoven*

5.3.14. *Thermostaat*

5.3.15. *Rotatieverdamer*

5.4. Bereiding van het extract en afscheiding van de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen

5.4.1. Bereiding van het extract

De voor de afbreekbaarheidstest benodigde hoeveelheid oppervlakteactieve stoffen bedraagt ongeveer 25 g BiAS.

Bij de bereiding van extracten voor de afbreekbaarheidstests moet de te gebruiken hoeveelheid product tot een maximum van 2 000 g worden beperkt. Daarom kan het nodig zijn de bewerking tweemaal of vaker uit te voeren om de hoeveelheid te verkrijgen die voor de afbreekbaarheidstest voldoende is. Uit ervaring is gebleken dat het aanbeveling verdient verscheidene kleine extracties uit te voeren in plaats van één grote.

5.4.2. Isolatie van in alcohol oplosbare bestanddelen

Voeg aan 1 250 ml ethanol 250 g van het te onderzoeken detergens toe, breng dit mengsel aan de kook en laat het gedurende een uur onder terugloop al roerend koken. Laat de hete alcoholische oplossing lopen over een grove zuigfilter verhit tot 50 °C en zuig vlug af. Was kolf en zuigfilter met ongeveer 200 ml hete ethanol. Vang filtraat en filterwaswater op in een filtreerkolf.

Indien dikvloeibare of vloeibare producten worden onderzocht, moet men zich ervan vergewissen dat het monster niet meer dan 25 g anionogene oppervlakteactieve stoffen en 35 g zeep bevat. Damp dit gewogen monster volledig in. Los het residu op in 500 ml ethanol en ga te werk zoals hierboven is beschreven.

Voor poeders met een laag schudgewicht (< 300 g/l) wordt aanbevolen een ethanol/monsterverhouding van 20:1 te gebruiken.

Damp het ethanolbevattend filtraat volledig in, bij voorkeur met een rotatieverdamer. Herhaal een en ander indien een grotere hoeveelheid extract nodig is. Los het residu op in 5 000 ml van een mengsel van isopropanol en water.

5.4.3 Voorbereiding van de ionenwisselingskolommen

KATIONENWISSELINGSKOLOM

Breng 600 ml kationenwisselingshars (5.3.5) in een bekersglas van 3 000 ml en dek af door toevoeging van 2 000 ml zoutzuur (5.3.7). Laat dit ten minste twee uur staan, waarbij af en toe wordt geroerd. Giet het zuur af en breng het hars met gedeïoniseerd water in de kolom (5.3.11) over. De kolom moet een stop van glaswol bevatten. Was de kolom met gedeïoniseerd water met een snelheid van 10-30 ml/min tot het eluaat chloridevrij is. Verplaats het water met 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (5.3.3) met een snelheid van 10-30 ml/min. De wisselingskolom is nu gebruiksklaar.

ANIONENWISSELINGSKOLOM

Breng 600 ml anionenwisselingshars (5.3.6) in een bekersglas en dek af door toevoeging van 2 000 ml gedeïoniseerd water. Laat het hars gedurende ten minste twee uur opzwellen. Breng het hars met gedeïoniseerd water in de kolom over. De kolom moet een stop van glaswol bevatten.

Was de kolom met 0,3 M ammoniumbicarbonaatoplossing (5.3.4) tot deze chloridevrij is. Hiervoor is ongeveer 5 000 ml oplossing nodig. Was opnieuw met 2 000 ml gedeïoniseerd water. Verplaats het water met 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (5.3.3) met een snelheid van 10-30 ml/min. De wisselingskolom vertoont nu de OH-vorm en is gebruiksklaar.

5.4.4. *Ionenwisselingsproces*

Verbind de wisselingskolommen op een zodanige wijze dat de kationenwisselingskolom zich op de anionenwisselingskolom bevindt. Verhit de wisselingskolommen tot 50 °C, waarbij gebruik wordt gemaakt van een thermostaat. Verhit 5 000 ml van de in punt 5.4.2 verkregen oplossing tot 60 °C en laat de oplossing door de wisselaarscombinatie lopen met een snelheid van 20 ml/min. Was de kolommen met 1 000 ml van het hete mengsel van isopropanol en water (5.3.3).

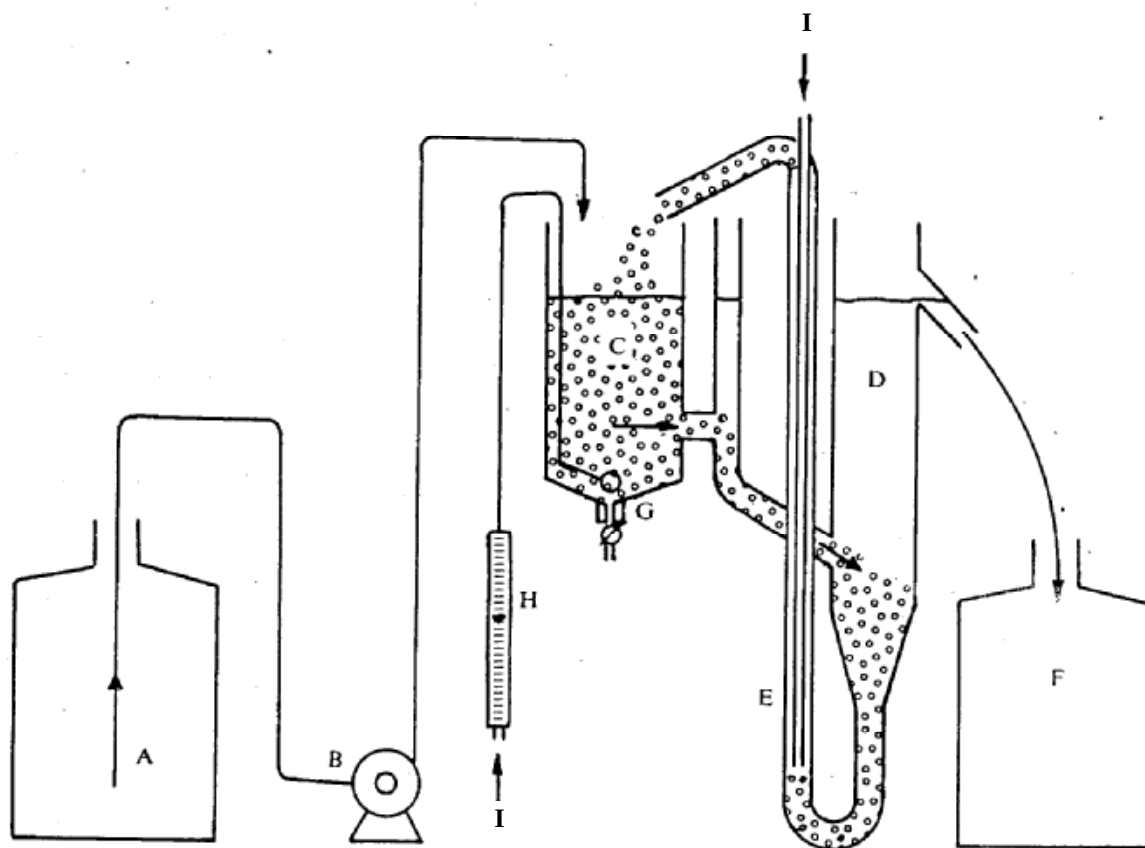
Vang, om de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen te verkrijgen, het eluaat en het waswater op en damp deze volledig in, bij voorkeur met een rotatieverdamer. Het residu bevat de BiAS. Voeg gedeïoniseerd water toe totdat een bepaald volume is bereikt en bepaal het BiAS-gehalte in een aliquot deel. De oplossing wordt gebruikt als standaardoplossing van de niet-ionogene oppervlakteactieve stoffen voor de afbreekbaarheidstest. De oplossing moet bij een temperatuur van minder dan 5 °C worden bewaard.

5.4.5. *Regeneratie van de ionenwisselingsharsen*

De kationenwisselaar wordt na gebruik weggegooid.

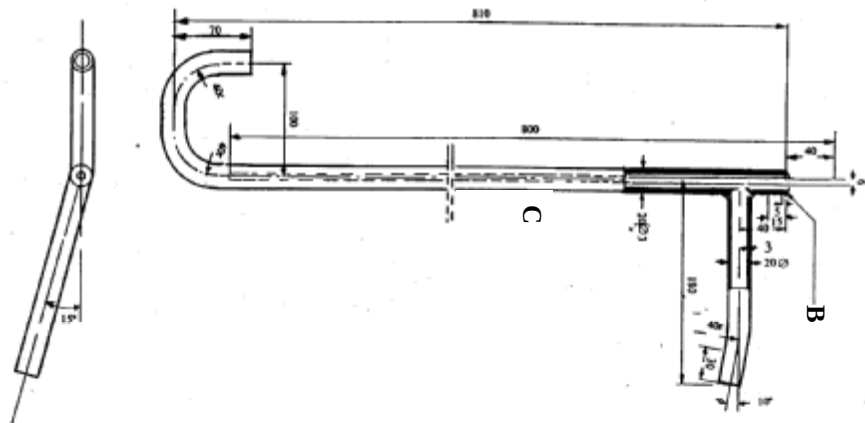
Het anionenwisselingshars wordt geregenereerd door ongeveer 5 000-6 000 ml ammoniumbicarbonaatoplossing (5.3.4) door de kolom te laten lopen met een snelheid van ongeveer 10 ml/min, totdat het eluaat vrij is van anionogene oppervlakteactieve stoffen (methyleenblauwtest). Laat vervolgens 2 000 ml van het mengsel van isopropanol en water (5.3.3) door de anionenwisselaar lopen om door te spoelen. De anionenwisselaar is opnieuw gebruiksklaar.

Figuur 1
Actiefslibinstallatie: overzicht



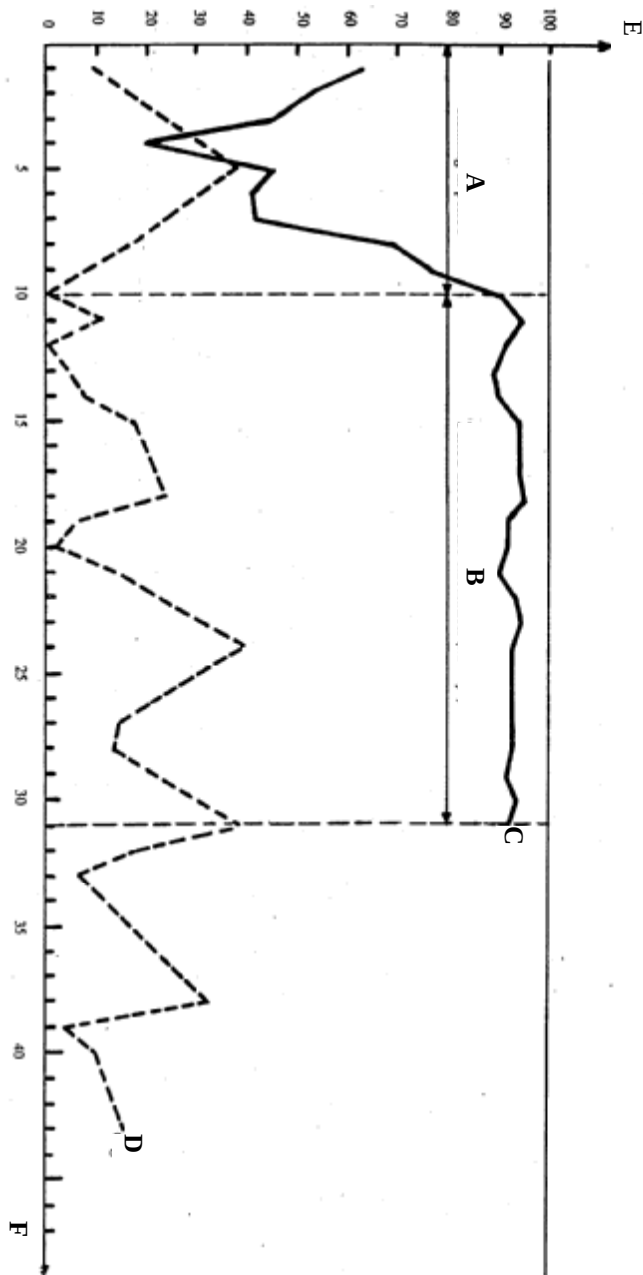
- A. Opslagvat
- B. Doseerpomp
- C. Beluchtingsvat (*capaciteit drie liter*)
- D. Bezinkvat
- E. Luchtpomp
- F. Vergaarbak
- G. Gesinterde beluchtingsinrichting
- H. Luchtdebietmeter
- I. Lucht

(afmetingen in millimeters)



- A. Vloeistofniveau
- B. Hard PVC
- C. Glas of waterbestendige kunststof (hard PVC)

Figuur 3
Berekening van de biologische afbreekbaarheid – bevestigingstest



- A. Beginperiode
- B. Berekeningsperiode (21 dagen)
- C. Gemakkelijk afbreekbare oppervlakteactieve stof
- D. Moeilijk afbreekbare oppervlakteactieve stof
- E. Biologische afbreekbaarheid (%)
- F. Tijd (dagen)

Figuur 4
Verwarmde wisselingskolom
 (afmetingen in millimeters)

