

# NAŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 648/2004

ze dne 31. března 2004

o detergentech

(Text s významem pro EHP)

EVROPSKÝ PARLAMENT A RADA EVROPSKÉ UNIE,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství, a zejména na čl. 95 této smlouvy,

s ohledem na návrh Komise,

s ohledem na stanovisko Evropského hospodářského a sociálního výboru<sup>1</sup>,

v souladu s postupem stanoveným v článku 251 Smlouvy<sup>2</sup>,

vzhledem k těmto důvodům:

- (1) Směrnice Rady 73/404/EHS ze dne 22. listopadu 1973 o sblížování právních předpisů členských států o detergentech<sup>3</sup>, 73/405/EHS ze dne 22. listopadu 1973 o sblížování právních předpisů členských států týkajících se metod zkoušení biologické rozložitelnosti aniontových povrchově aktivních látek<sup>4</sup>, 82/242/EHS ze dne 31. března 1982 o sblížování právních předpisů členských států týkajících se metod zkoušení biologické rozložitelnosti neiontových povrchově aktivních látek<sup>5</sup>, 82/243/EHS ze dne 31. března 1982, kterou se mění směrnice 73/405/EHS o sblížování právních předpisů členských států týkajících se metod zkoušení biologické rozložitelnosti aniontových povrchově aktivních látek<sup>6</sup> a 86/94/EHS ze dne 10. března 1986, kterou se podruhé mění směrnice 73/404/EHS o sblížování právních předpisů členských států týkajících se detergentů<sup>7</sup>, byly několikrát významně změněny.

---

<sup>1</sup> Úř. věst. C 95, 23. 4. 2003, s. 24.

<sup>2</sup> Stanovisko Evropského parlamentu ze dne 10. dubna 2003 (dosud nezveřejněné v Úředním věstníku), společný postoj Rady ze dne 4. listopadu 2003 (Úř. věst. C 305, 16. 12. 2003, s. 11) a postoj Evropského parlamentu ze dne 14. ledna 2004 (dosud nezveřejněný v Úředním věstníku). Rozhodnutí Rady ze dne 11. března 2004.

<sup>3</sup> Úř. věst. L 347, 17. 12. 1973, s. 51. Směrnice naposledy pozměněná nařízením (ES) č. 807/2003 (Úř. věst. L 122, 16. 5. 2003, s. 36).

<sup>4</sup> Úř. věst. L 347, 17. 12. 1973, s. 53. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí 82/243/EHS (Úř. věst. L 109, 22. 4. 1982, s. 11).

<sup>5</sup> Úř. věst. L 109, 22. 4. 1982, s. 1.

<sup>6</sup> Úř. věst. L 109, 22. 4. 1982, s. 18.

<sup>7</sup> Úř. věst. L 80, 25. 3. 1986, s. 51.

Z důvodů srozumitelnosti a přehlednosti je žádoucí, aby uvedené předpisy byly přepracovány sloučením všech do jediného textu. Doporučení Komise 89/542/EHS ze dne 13. září 1989<sup>8</sup>, pokud jde o ustanovení týkající se označování detergentů a čisticích prostředků, by rovněž mělo být zahrnuto do tohoto jediného textu.

- (2) Jelikož cíle tohoto nařízení, totiž zajištění vnitřního trhu s detergenty, nemůže být uspokojivě dosaženo na úrovni členských států, neexistují-li v celém Společenství společná technická kritéria, a může jej být proto lépe dosaženo na úrovni Společenství, může Společenství přijmout opatření v souladu se zásadou subsidiarity stanovenou v článku 5 Smlouvy. V souladu se zásadou proporcionality stanovenou v uvedeném článku nepřekračuje toto nařízení rámec toho, co je nezbytné pro dosažení tohoto cíle. Nařízení je vhodným právním nástrojem, protože ukládá přímo výrobcům přesné požadavky, které mají být zavedeny ve stejné době a stejným způsobem v celém Společenství; v oblasti technických právních předpisů je nezbytné jednotné uplatňování v členských státech, a to je možné zaručit pouze prostřednictvím nařízení.
- (3) Je nezbytné vytvořit novou definici detergentů, která by zahrnovala rovnocenná použití a byla v souladu s vývojem na úrovni členských států.
- (4) Je nezbytné zavést definici povrchově aktivních látek, která dosud ve stávajících právních předpisech chyběla.
- (5) Je důležité uvést jasný a přesný popis příslušných druhů biologické rozložitelnosti.
- (6) Měla by být přijata opatření týkající se detergentů, aby bylo zajištěno řádné fungování vnitřního trhu a zabráněno omezování hospodářské soutěže ve Společenství.
- (7) Jak potvrzuje bílá kniha Komise „Strategie budoucí politiky v oblasti chemických látek“, vhodná opatření týkající se detergentů by měla zajišťovat vysokou úroveň ochrany životního prostředí, zejména vodního prostředí.
- (8) Detergenty jsou již předmětem některých předpisů Společenství týkajících se jejich výroby, správného zacházení, používání a označování, zejména s odkazem na doporučení Komise 89/542/EHS a 98/480/ES ze dne 22. července 1998 o správné environmentální praxi pro domácí prací prostředky<sup>9</sup>; směrnice Evropského parlamentu a Rady 1999/45/ES o sblížení právních a správních předpisů členských států týkajících se klasifikace, balení a označování nebezpečných přípravků<sup>10</sup> se vztahuje na detergenty.

---

<sup>8</sup> Úř. věst. L 291, 10. 10. 1989, s. 55.

<sup>9</sup> Úř. věst. L 215, 1. 8. 1998, s. 73.

<sup>10</sup> Úř. věst. L 200, 30. 7. 1999, s. 1. Směrnice naposledy pozměněná nařízením (ES) č. 1882/2003 (Úř. věst. L 284, 31. 10. 2003, s. 1).

- (9) Dialkyl(dimethyl)amonium-chlorid (DTDMAC) a nonylfenol (včetně jeho ethoxylátů – APE) jsou prioritní látky podrobené posuzování rizika na úrovni Společenství v souladu s nařízením Rady (EHS) č. 793/93 ze dne 23. března 1993 o hodnocení a kontrole rizik existujících látek<sup>11</sup>, a proto by měly být v případě potřeby doporučeny a zavedeny v rámci jiných předpisů Společenství přiměřené strategie pro omezení rizik expozice těmto látkám.
- (10) Stávající právní předpisy týkající se biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v detergentech se vztahují pouze na primární biologickou rozložitelnost<sup>12</sup> a jsou použitelné pouze pro aniontové<sup>13</sup> a neiontové<sup>14</sup> povrchově aktivní látky; měly by být proto nahrazeny novými právními předpisy, které by kladly hlavní důraz na konečnou biologickou rozložitelnost a řešily významné obavy týkající se potenciální toxicity perzistentních metabolitů.
- (11) To vyžaduje zavedení nového souboru zkoušek vycházejících z norem EN ISO a pokynů OECD, jimiž se řídí udělování přímého povolení k uvádění detergentů na trh.
- (12) Pro zajištění vysoké úrovně ochrany životního prostředí by neměly být na trh uváděny detergenty, které nesplňují požadavky stanovené tímto nařízením.
- (13) Vědecký výbor pro toxicitu, ekotoxicitu a životní prostředí vydal dne 25. listopadu 1999 stanovisko k biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v detergentech a ke vhodnosti zkušebních metod pro regulativní kontrolu v této oblasti.
- (14) Stávající požadavky na primární biologickou rozložitelnost by měly být ponechány na druhé hierarchické úrovni a doplněny o doplňkové posouzení rizika pro ty povrchově aktivní látky, které nevyhověly při zkouškách konečné biologické rozložitelnosti; kromě toho by povrchově aktivní látky, které nevyhověly při zkouškách primární biologické rozložitelnosti, neměly na základě výjimky získat povolení k uvedení na trh.
- (15) Požadavky na primární biologickou rozložitelnost by se měly rozšířit na všechny povrchově aktivní látky, zejména kationtové a amfoterní, přičemž se umožní použití instrumentálních analýz v těch případech, ve kterých nejsou vhodné částečně specifické analytické metody.
- (16) Stanovení zkušebních metod biologické rozložitelnosti a vedení seznamů výjimek jsou technické záležitosti a měly by být revidovány s ohledem na technický, vědecký i regulativní vývoj.

---

<sup>11</sup> Úř. věst. L 84, 5. 4. 1993, s. 1. Nařízení ve znění nařízení (ES) č. 1882/2003.

<sup>12</sup> Směrnice 73/404/EHS a 86/94/EHS.

<sup>13</sup> Směrnice 73/405/EHS a 82/243/EHS.

<sup>14</sup> Směrnice 82/242/EHS.

- (17) Zkušební metody by měly umožňovat získávání údajů, které poskytují dostatečnou záruku aerobní biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v detergentech.
- (18) Metody zkoušení biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v detergentech mohou vést k rozdílným výsledkům. V takových případech by měly být doplněny doplňkovými posouzeními, aby se stanovila rizika dalšího používání.
- (19) Měla by být rovněž přijata ustanovení umožňující ve výjimečných případech uvádět na trh povrchově aktivní látky v detergentech, které nevyhověly při zkouškách konečné biologické rozložitelnosti; toto uvádění by se mělo uskutečňovat na základě všech informací důležitých pro zajištění ochrany životního prostředí a v jednotlivých případech.
- (20) Opatření nezbytná pro provádění tohoto nařízení by měla být přijata v souladu s rozhodnutím Rady 1999/468/ES ze dne 28. června 1999 o postupech pro výkon prováděcích pravomocí svěřených Komisi<sup>15</sup>.
- (21) Je vhodné připomenout, že na povrchově aktivní látky detergentů jsou použitelné další horizontální právní předpisy, zejména směrnice Rady 76/769/EHS ze dne 27. července 1976 o sblížení právních a správních předpisů členských států týkajících se omezení uvádění na trh a používání některých nebezpečných látek a přípravků<sup>16</sup>, kterou by mohlo být zakázáno nebo omezeno uvádění na trh a používání nebezpečných látek, na něž se vztahuje toto nařízení, směrnice Rady 67/548/EHS ze dne 27. června 1967 o sblížení právních a správních předpisů týkajících se klasifikace, balení a označování nebezpečných látek<sup>17</sup>, směrnice Komise 93/67/EHS ze dne 20. července 1993, kterou se stanoví zásady posuzování rizik pro člověka a životní prostředí u látek oznámených v souladu se směrnicí Rady 67/548/EHS<sup>18</sup>, nařízení (EHS) č. 793/93 a nařízení Komise (ES) č. 1488/94 ze dne 28. června 1994, kterým se stanoví zásady posuzování rizik existujících látek pro člověka a životní prostředí<sup>19</sup>, směrnice Evropského parlamentu a Rady 98/8/ES ze dne 16. února 1998 o uvedení biocidních přípravků na trh<sup>20</sup>, směrnice Evropského parlamentu a Rady 2004/10/ES ze dne 11. února 2004 o harmonizaci právních a správních předpisů týkajících se používání zásad správné laboratorní praxe a ověřování jejich používání při zkouškách chemických látek (kodifikované znění)<sup>21</sup>, směrnice Evropského parlamentu a Rady 2004/9/ES ze dne 11. února 2004 o inspekci a ověřování správné laboratorní praxe (SLP) (kodifikované znění)<sup>22</sup> a směrnice

---

<sup>15</sup> Úř. věst. L 184, 17. 7. 1999, s. 23.

<sup>16</sup> Úř. věst. L 262, 27. 9. 1976, s. 201. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí Komise 2004/21/ES (Úř. věst. L 57, 25. 2. 2004, s. 4).

<sup>17</sup> Úř. věst. 196, 16. 8. 1967, s. 1. Směrnice naposledy pozměněná nařízením (ES) č. 807/2003.

<sup>18</sup> Úř. věst. L 227, 8. 9. 1993, s. 9.

<sup>19</sup> Úř. věst. L 161, 29. 6. 1994, s. 3.

<sup>20</sup> Úř. věst. L 123, 24. 4. 1998, s. 1. Směrnice ve znění nařízení (ES) č. 1882/2003.

<sup>21</sup> Úř. věst. L 50, 20. 2. 2004, s. 44.

<sup>22</sup> Úř. věst. L 50, 20. 2. 2004, s. 28.

Rady 86/609/EHS ze dne 24. listopadu 1986 o sblížení právních a správních předpisů členských států týkajících se ochrany zvířat používaných pro pokusné a jiné vědecké účely<sup>23</sup>.

- (22) Výrobci by měli být odpovědní za to, že přestanou uvádět na trh detergenty, které nejsou v souladu s tímto nařízením, a za to, že mají k dispozici pro potřebu vnitrostátních orgánů technickou dokumentaci pro všechny látky a přípravky, na něž se vztahuje toto nařízení; totéž by mělo platit i pro povrchově aktivní látky, které nevyhovely při zkouškách uvedených v příloze III.
- (23) Výrobci by mělo být umožněno požádat Komisi o výjimku, kterou by Komise měla mít možnost udělit postupem podle čl. 12 odst. 2.
- (24) Příslušným orgánům členských států by mělo být umožněno použít pro detergenty na trhu kontrolní opatření, tyto orgány by se však měly vyvarovat opakování zkoušek provedených příslušnými laboratoři.
- (25) Stávající ustanovení o označování detergentů, včetně ustanovení obsažených v doporučení 89/542/EHS, která jsou zahrnuta do tohoto nařízení, by měla být zachována, aby byl splněn cíl modernizace pravidel pro detergenty. Zavádí se zvláštní označování, které má spotřebitele informovat o aromatických látkách a konzervačních činidlech přítomných v detergencích. Zdravotnickí pracovníci by měli mít možnost na požádání obdržet od výrobce úplný seznam všech složek detergentu, který jim poslouží při zjišťování toho, zda existuje příčinná souvislost mezi vznikem alergické reakce a expozicí určité chemické látky. Členské státy by měly mít možnost požadovat, aby byl takový seznam dán k dispozici rovněž zvláštnímu veřejnému subjektu pověřenému poskytováním těchto informací zdravotnickým pracovníkům.
- (26) Všechny výše uvedené důvody vyžadují, aby byly stávající právní předpisy nahrazeny novými právními předpisy; po určité dobu však mohou členské státy nadále používat své stávající právní předpisy.
- (27) Technické přílohy tohoto nařízení by měly být upravovány postupem podle čl. 12 odst. 2.
- (28) Uvádění detergentů vyhovujících tomuto nařízení na trh by mělo být povoleno, aniž jsou dotčeny ostatní související předpisy Společenství.
- (29) Pro zajištění ochrany člověka a životního prostředí před nepředvídanými riziky spojenými s detergenty je nezbytná ochranná doložka.
- (30) Zkoušky stanovené pro biologickou rozložitelnost povrchově aktivních látek by měly být prováděny v laboratořích, které splňují mezinárodně uznávanou normu, totiž EN/ISO/IEC/17025, nebo zásady správné laboratorní praxe; nebylo by opodstatněné vyžadovat uplatňování posledně uvedeného

---

<sup>23</sup> Úř. věst. L 358, 18. 12. 1986, s. 1. Směrnice ve znění směrnice Evropského parlamentu a Rady 2003/65/ES (Úř. věst. L 230, 16. 9. 2003, s. 32).

požadavku na stávající povrchově aktivní látky, pokud byly dostupné zkoušky těchto látek provedeny před vstupem uvedené normy v platnost a stále zaručují srovnatelnou úroveň vědecké kvality.

- (31) Otázky týkající se anaerobního biologického rozkladu, biologického rozkladu hlavních povrchově neaktivních organických složek detergentů a obsahu fosforečnanů, jimiž se toto nařízení nezabývá, by měly být přezkoumány Komisí a tam, kde je to opodstatněné, by měl být předložen návrh Evropskému parlamentu a Radě. Do doby další harmonizace mohou členské státy zachovat nebo stanovit vnitrostátní pravidla týkající se výše uvedených otázek.
- (32) Pět směrnic a doporučení Komise zmíněných v prvním bodě odůvodnění, které se nahrazují tímto nařízením, by mělo být zrušeno,

PŘIJALY TOTO NAŘÍZENÍ:

### *Článek 1*

#### **Cíle a oblast působnosti**

1. Toto nařízení stanoví pravidla, s jejichž pomocí má být dosaženo volného pohybu detergentů a povrchově aktivních látek pro detergenty na vnitřním trhu, a zároveň zajištěn vysoký stupeň ochrany životního prostředí a lidského zdraví.
2. K tomuto účelu nařízení harmonizuje níže uvedená pravidla pro uvádění detergentů a povrchově aktivních látek pro detergenty na trh, která se týkají
  - biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v detergentech,
  - omezení nebo zákazů povrchově aktivních látek na základě biologické rozložitelnosti,
  - doplňkového označování detergentů, včetně alergenních vonných látek, a
  - informací, které musí výrobci uchovávat pro potřebu příslušných orgánů členských států a zdravotnických pracovníků.

### *Článek 2*

#### **Definice**

Pro účely tohoto nařízení se rozumí:

- 1) „detergentem“ každá látka nebo přípravek obsahující mýdla nebo jiné povrchově aktivní látky určené pro prací a čisticí procesy. Detergenty mohou

být v jakékoliv formě (kapalina, prášek, pasta, tyčinky, hrudky, tvarované kusy, kostky, atd.) a mohou být uváděny na trh nebo používány pro potřeby domácností, institucí nebo průmyslu.

Další výrobky považované za detergenty jsou:

- „pomocné prací přípravky“ určené pro namáčení (předpírání), máchání nebo bělení oděvů, prádla, atd.,
  - „avivážní prací přípravky“ určené ke zjemnění tkanin v procesech, které mají sloužit jako doplněk k praní tkanin,
  - „čisticí přípravky“ určené pro domácí použití jako univerzální čisticí prostředky nebo pro ostatní čištění povrchů (například materiálů, výrobků, strojů, mechanických zařízení, dopravních prostředků a souvisejícího vybavení, nástrojů, přístrojů atd.),
  - „ostatní čisticí a prací přípravky“ určené pro všechny ostatní prací a čisticí procesy;
- 2) „praním“ nebo „mytím“ čištění prádla, tkanin, nádobí a jiných tvrdých povrchů;
  - 3) „čištěním“ činnost definovaná v EN ISO 862;
  - 4) „látkou“ chemické prvky a jejich sloučeniny v přírodním stavu nebo získané libovolným výrobním procesem, včetně všech přísad nezbytných pro zachování stability výrobků a všech nečistot pocházejících z použitého procesu, avšak s vyloučením všech rozpouštědel, které je možno oddělit, aniž to ovlivní stabilitu látky nebo změni její složení;
  - 5) „přípravkem“ směs nebo roztok složený ze dvou nebo více látek;
  - 6) „povrchově aktivní látkou“ každá organická látka nebo přípravek používaný v detergentech, které mají povrchově aktivní vlastnosti a které se skládají z jedné nebo více hydrofilních skupin a z jedné nebo více hydrofobních skupin takového charakteru a velikosti, že jsou schopné snížit povrchové napětí vody a vytvořit krycí nebo adsorpční monovrstvy na rozhraní voda/vzduch a vytvořit emulze nebo mikroemulze nebo micely a adsorbovat na rozhraní voda/pevný povrch;
  - 7) „primárním biologickým rozkladem“ strukturní změna (přeměna) povrchově aktivní látky mikroorganismy, která má za následek ztrátu jejich povrchově aktivních vlastností způsobenou rozkladem výchozí látky a následnou ztrátou povrchově aktivních vlastností, měřeno pomocí zkušebních metod uvedených v příloze II;
  - 8) „konečným aerobním biologickým rozkladem“ dosažená úroveň biologického rozkladu, při níž je povrchově aktivní látka za přítomnosti kyslíku plně spotřebována mikroorganismy, což má za následek její rozklad na oxid uhličitý, vodu a minerální soli ostatních přítomných prvků (mineralizace),

měřeno pomocí zkušebních metod uvedených v příloze III, a na nové mikrobiální buněčné složky (biomasa);

- 9) „uvedením na trh“ zavedení na trh Společenství a tím i zpřístupnění třetím osobám, ať už za úplatu nebo bezúplatně. Dovoz na celní území Společenství se považuje za uvedení na trh;
- 10) „výrobce“ fyzická nebo právnická osoba odpovědná za uvedení detergentu nebo povrchově aktivní látky pro detergent na trh; za výrobce se považuje zejména producent, dovozce, balírna pracující na vlastní účet nebo každá osoba, která mění vlastnosti detergentu nebo povrchově aktivní látky pro detergent nebo vytváří či pozměňuje jeho označení. Distributor, který nemění vlastnosti, označení nebo balení detergentu nebo povrchově aktivní látky pro detergent, se nepovažuje za výrobce, ledaže působí jako dovozce;
- 11) „zdravotnickými pracovníky“ registrovaní praktičtí lékaři nebo osoby pracující pod vedením registrovaného praktického lékaře, kteří pečují o pacienty, stanovují diagnózu nebo provádějí léčbu a kteří jsou vázáni lékařským tajemstvím;
- 12) „detergentem používaným v průmyslu a institucích“ detergent používaný pro praní, mytí a čištění mimo domácnosti, které provádějí specializovaní pracovníci používající specifické výrobky.

### *Článek 3*

#### **Uvedení na trh**

1. Detergenty a povrchově aktivní látky pro detergenty uvedené v článku 1 musí být při uvedení na trh v souladu s podmínkami, vlastnostmi a limity stanovenými v tomto nařízení a jeho přílohách a podle potřeby v souladu se směrnicí 98/8/ES a se všemi ostatními příslušnými právními předpisy Společenství. Na povrchově aktivní látky, které jsou rovněž účinnými látkami podle směrnice 98/8/ES a které se používají jako dezinfekční prostředky, se nevztahují přílohy II, III, IV a VIII tohoto nařízení za předpokladu, že

- a) jsou uvedeny v příloze I nebo IA směrnice 98/8/ES nebo
- b) jsou složkami biocidních přípravků povolených podle čl. 15 odst. 1 nebo čl. 15 odst. 2 směrnice 98/8/ES nebo
- c) jsou složkami biocidních přípravků povolených podle přechodných opatření nebo podléhají desetiletému pracovnímu programu stanovenému v článku 16 směrnice 98/8/ES.

Místo toho se takové povrchově aktivní látky považují za dezinfekční prostředky a na detergenty, jejichž jsou součástí, se vztahují ustanovení o označování dezinfekčních prostředků uvedených v příloze VII A.



2. Výrobci detergentů nebo povrchově aktivních látek pro detergenty musí být usazeni ve Společenství.
3. Výrobci jsou odpovědní za to, že jsou detergenty nebo povrchově aktivní látky pro detergenty v souladu s tímto nařízením a jeho přílohami.

#### *Článek 4*

### **Omezení vyplývající z biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek**

1. Povrchově aktivní látky a detergenty obsahující povrchově aktivní látky, které splňují kritéria pro konečný aerobní biologický rozklad stanovená v příloze III, mohou být podle tohoto nařízení uvedeny na trh bez dalších omezení souvisejících s biologickou rozložitelností.
2. Jestliže detergent obsahuje povrchově aktivní látky, u nichž je úroveň konečného aerobního biologického rozkladu nižší než úroveň stanovená v příloze III, mohou výrobci detergentů používaných v průmyslu nebo institucích, které obsahují povrchově aktivní látky, nebo výrobci povrchově aktivních látek pro detergenty používané v průmyslu nebo institucích požádat o výjimku. Žádosti o výjimku musí být podány v souladu s články 5, 6 a 9 a podle týchž článků o nich musí být i rozhodnuto.
3. Úroveň primární biologické rozložitelnosti musí být změřena pro všechny povrchově aktivní látky v detergentech, které nevyhověly při zkouškách konečného aerobního biologického rozkladu. Pro povrchově aktivní látky v detergentech, které vykazují nižší úroveň primární biologické rozložitelnosti, než je úroveň stanovená v příloze II, nesmí být udělena výjimka.

#### *Článek 5*

### **Udělení výjimky**

1. Výrobce požádá o výjimku prostřednictvím žádosti zaslané příslušnému orgánu dotyčného členského uvedenému v čl. 8 odst. 1 a Komisi, ve které poskytne důkazy vztahující se ke kritériím zmíněným v čl. 6 odst. 1. Členské státy mohou žádost o výjimku podmínit zaplacením poplatku příslušnému orgánu členského státu. Tyto případné poplatky musí být vybírány nediskriminujícím způsobem a nesmí převýšit náklady na vyřízení žádosti.
2. Žádosti musí obsahovat technickou dokumentaci poskytující všechny informace a odůvodnění nezbytné pro vyhodnocení bezpečnostních hledisek spojených se specifickým použitím povrchově aktivních látek v detergentech, které nespĺňují limity pro biologickou rozložitelnost uvedené v příloze III.

Kromě výsledků zkoušek uvedených v příloze III musí technická dokumentace obsahovat informace a výsledky zkoušek stanovených v přílohách II a IV.

Zkoušky stanovené v bodě 4 přílohy IV musí být prováděny na základě stupňovitěho přístupu. Stupňovitý přístup bude definován v technických pokynech, které budou přijaty postupem podle čl. 12 odst. 2 do 8. dubna 2007. V těchto pokynech se podle potřeby rovněž stanoví zkoušky, při kterých by měly být uplatňovány zásady správné laboratorní praxe.

3. Příslušný orgán členského státu, který obdrží žádosti o výjimku v souladu s odstavci 1 a 2, tyto žádosti přezkoumá, vyhodnotí jejich soulad s podmínkami pro udělení výjimky a uvědomí Komisi o výsledcích do šesti měsíců od obdržení úplné žádosti.

Považuje-li to příslušný orgán členského státu za nezbytné pro hodnocení rizika, které může být způsobeno látkou nebo přípravkem, požádá do tří měsíců od obdržení žádosti o další informace či ověřující nebo potvrzující zkoušky pro tyto látky nebo přípravky nebo produkty jejich přeměny, které mu byly oznámeny nebo o nichž obdržel informace podle tohoto nařízení. Lhůta pro vyhodnocení dokumentace příslušným orgánem členského státu započne až po doplnění dokumentace o doplňující informace. Nebudou-li požadované informace poskytnuty do 12 měsíců, žádost se považuje za neúplnou, a tedy za neplatnou. V tom případě se nepoužije čl. 6 odst. 2.

Jestliže jsou požadovány další informace o metabolitech, měly by být použity strategie stupňovitěho zkoušení, aby se v maximální míře využily zkušební metody *in vitro* a jiné zkušební metody, při nichž se nepoužívají zvířata.

4. Komise může udělit výjimku postupem podle čl. 12 odst. 2, a to zejména na základě hodnocení provedeného členským státem. Pokud je to nezbytné, Komise před udělením výjimky dále zhodnotí skutečnosti uvedené v odstavci 3 tohoto článku. Rozhodne do 12 měsíců od obdržení hodnocení členského státu s výjimkou případu, kdy se použije čl. 5 odst. 4 a 6 rozhodnutí 1999/468/ES a kdy je tato lhůta 18 měsíců.

5. Takové výjimky mohou povolovat, omezovat nebo přísně omezovat uvádění povrchově aktivních látek v detergentech na trh a jejich používání v závislosti na výsledcích doplňkového posouzení rizika, jak je definováno v příloze IV. Součástí výjimek může být lhůta pro ukončení uvádění povrchově aktivních látek v detergentech na trh a jejich používání. Komise může výjimku přezkoumat, jakmile vyjdou najevo informace odůvodňující podstatnou revizi technické dokumentace, která byla zahrnuta v žádosti o výjimku. Výrobce může za tím účelem na požádání poskytnout Komisi technickou dokumentaci, která byla aktualizována, pokud jde o položky uvedené v bodě 2 přílohy IV. Komise může na základě aktualizovaných informací rozhodnout o prodloužení, změně nebo zrušení výjimky. Odstavce 1 až 4 a odstavec 6 tohoto článku a článek 6 se použijí obdobně.

6. Komise zveřejní seznam povrchově aktivních látek, které získaly výjimku, s odpovídajícími podmínkami nebo omezeními použití, jak jsou stanoveny v příloze V.

## Článek 6

### Podmínky pro udělení výjimky

1. Pokud Komise zamýšlí udělit výjimku, učiní tak postupem podle čl. 12 odst. 2 a na základě těchto kritérií:
  - použití v aplikacích s nízkým rozptylem spíše než aplikacích se širokým rozptylem,
  - použití pouze ve specifických aplikacích v průmyslu nebo v institucích,
  - riziko pro životní prostředí nebo zdraví, které představuje objem prodeje a struktura použití ve Společenství, je malé v porovnání se sociálně-ekonomickým přínosem, včetně oblasti bezpečnosti potravin a hygienických norem.
2. Dokud Komise nerozhodne o žádosti o výjimku, může uvádění dotyčné povrchově aktivní látky na trh a její používání pokračovat za předpokladu, že výrobce může prokázat, že v den vstupu tohoto nařízení v platnost byla tato povrchově aktivní látka již používána na trhu Společenství a že žádost o výjimku byla předložena do dvou let od tohoto dne.
3. Jestliže Komise odmítne udělit výjimku, učiní tak do 12 měsíců od obdržení hodnocení členského státu zmíněného v čl. 5 odst. 3, s výjimkou případu, kdy se použije čl. 5 odst. 4 a 6 rozhodnutí 1999/468/ES a kdy je tato lhůta 18 měsíců. Může stanovit přechodné období, během něhož bude uvedení na trh a používání této povrchově aktivní látky ukončeno. Toto přechodné období nesmí přesáhnout dva roky ode dne rozhodnutí Komise.
4. Komise zveřejní v příloze VI seznam povrchově aktivních látek, o nichž bylo zjištěno, že nejsou v souladu s tímto nařízením.

## Článek 7

### Zkoušení povrchově aktivních látek

Všechny zkoušky uvedené v čl. 3 a 4 a v přílohách II, III, IV a VIII se provádějí v souladu s normami uvedenými v bodě 1 přílohy I a v souladu s požadavky na zkoušení podle čl. 10 odst. 5 nařízení (EHS) č. 793/93. Pro tento účel je dostačující použít buď normu EN ISO/IEC, nebo zásady správné laboratorní praxe, s výjimkou zkoušek, pro které byly zásady správné laboratorní praxe stanoveny jako povinné. V případech, kdy jsou povrchově aktivní látky použity v detergentech, které byly uvedeny na trh před vstupem výše uvedené normy v platnost, mohou být stávající zkoušky, které byly provedeny s použitím nejlepších dostupných vědeckých poznatků a které byly provedeny podle normy srovnatelné s normami uvedenými v příloze I, v jednotlivých případech uznány. Výrobce nebo členský stát může předložit Komisi

každý případ, o němž existují pochybnosti nebo spory. Rozhodnutí bude potom přijato postupem podle čl. 12 odst. 2.

## Článek 8

### Povinnosti členských států

1. Členské státy určí příslušný orgán nebo orgány odpovědné za sdělování a výměnu informací týkajících se provádění tohoto nařízení a informují Komisi o úplném názvu a adrese těchto orgánů.
2. Každý členský stát oznámí ostatním členským státům a Komisi seznam schválených laboratoří (včetně jejich úplných názvů a adres), které jsou odborně způsobilé a oprávněné k provádění zkoušek vyžadovaných podle tohoto nařízení. Členské státy prokáží odbornou způsobilost uvedených laboratoří podle normy EN ISO/IEC 17025 uvedené v bodě 1 přílohy I. Tento požadavek se považuje za splněný, pokud členský stát ověřil shodu laboratoře se zásadami správné laboratorní praxe v souladu s článkem 2 směrnice 2004/9/ES.
3. Pokud má příslušný orgán členského státu důvod domnívat se, že schválená laboratoř nemá odbornou způsobilost podle odstavce 2, předloží tuto záležitost výboru uvedeném v článku 12. Jestliže Komise rozhodne, že laboratoř nemá požadovanou odbornou způsobilost, název této laboratoře se vyškrtne ze seznamu uvedeného v odstavci 4. Použije se čl. 15 odst. 2, s výjimkou případu laboratoří prohlašujících, že dodržují požadavky správné laboratorní praxe, na které se v případě nedodržování použijí články 5 a 6 směrnice 2004/9/ES.
4. Komise zveřejní jednou ročně v *Úředním věstníku Evropské unie* seznam příslušných orgánů zmíněný v odstavci 1 a seznam schválených laboratoří zmíněný v odstavci 2 v rozsahu, v jakém nastaly změny.

## Článek 9

### Informace poskytované výrobcí

1. Aniž je dotčen článek 17 směrnice 1999/45/ES, uchovávají výrobci uvádějící na trh látku nebo přípravky, na něž se vztahuje toto nařízení, pro potřebu příslušných orgánů členských států
  - informace o jednom nebo více výsledcích zkoušek zmíněných v příloze III,
  - pro povrchově aktivní látky, které nevyhovely při zkouškách uvedených v příloze III a pro které bylo požádáno o výjimku podle článku 5:
    - i) technickou dokumentaci o výsledcích zkoušek uvedených v příloze II,

- ii) technickou dokumentaci o výsledcích zkoušek a informace uvedené v příloze IV.

2. Jakmile jsou látky nebo přípravky, na něž se vztahuje toto nařízení, uvedeny na trh, je výrobce odpovědný za správné provedení příslušných zkoušek uvedených výše. Musí mít rovněž k dispozici dokumentaci o provedených zkouškách, aby prokázal soulad s tímto nařízením a doložil, že je oprávněn vykonávat vlastnická práva vztahující se k výsledkům zkoušek, která jsou odlišná od práv na již veřejně přístupné výsledky zkoušek.

3. Výrobci uvádějící na trh přípravky, na něž se vztahuje toto nařízení, neprodleně a bezplatně zpřístupní všem zdravotnickým pracovníkům, kteří o to požádají, datové listy složek přípravků, jak jsou uvedeny v příloze VII C.

Tím není dotčeno právo členských států požadovat, aby byl takový datový list zpřístupněn zvláštnímu veřejnému subjektu, který členský stát pověřil úkolem poskytovat tyto informace zdravotnickým pracovníkům.

Informace obsažené v datových listech musí být zvláštním veřejným subjektem a zdravotnickými pracovníky uchovávány jako důvěrné a používány pouze pro lékařské účely.

## *Článek 10*

### **Kontrolní opatření**

1. Příslušné orgány členských států mohou podle potřeby použít pro detergenty uvedené na trh všechna nezbytná kontrolní opatření, která zajistí soulad výrobku s tímto nařízením. Referenčními metodami jsou zkušební a analytické metody uvedené v příloze VIII. Tato kontrolní opatření nezavazují výrobce k opakování zkoušek provedených laboratořemi, které vyhovují podmínkám uvedeným v čl. 8 odst. 2, ani k placení za jakoukoli opakovanou nebo doplňkovou zkoušku, pokud původní zkouška prokázala soulad detergentů nebo povrchově aktivních látek použitých jako složky detergentů s tímto nařízením.

2. V případech, kdy existuje obava, že zkouška provedená v souladu s metodami uvedenými v přílohách II, III, IV a VIII poskytla nepravdivé pozitivní výsledky, oznámí to příslušné orgány členských států Komisi a Komise postupem podle čl. 12 odst. 2 uvedené výsledky prověří a přijme nezbytná opatření.

## *Článek 11*

### **Označování**

1. Ustanoveními tohoto článku nejsou dotčena ustanovení týkající se klasifikace, balení a označování nebezpečných látek a přípravků ve směrnici 67/548/EHS a 1999/45/ES.

2. Na obalech, v nichž jsou detergenty nabízeny k prodeji spotřebiteli, musí být uvedeny čitelně, viditelně a nesmazatelně tyto informace:

- a) název a obchodní název výrobku;
- b) název nebo obchodní název či obchodní značka a úplná adresa a telefonní číslo osoby odpovědné za uvedení výrobku na trh;
- c) adresa, případně adresa elektronické pošty, a telefonní číslo, na kterém si lze vyžádat datový list uvedený v čl. 9 odst. 3.

Stejně informace musí být uvedeny na všech dokumentech, které doprovázejí detergenty přepravované jako volně ložené.

3. Na obalu detergentů musí být uveden obsah v souladu se specifikacemi stanovenými v příloze VII A. V případě potřeby musí být na obalu uveden též návod k použití a zvláštní bezpečnostní opatření.

4. Na obalu detergentů prodávaných veřejnosti, které jsou určeny pro použití jako prací prostředky, musí být navíc uvedeny informace stanovené v příloze VII B.

5. V případech, kdy v členském státě existuje vnitrostátní požadavek na označování v národním jazyce nebo jazycích, vyhoví výrobce a distributor tomuto požadavku, pokud jde o informace uvedené v odstavcích 3 a 4.

6. Odstavci 1 až 5 nejsou dotčeny stávající vnitrostátní předpisy, podle nichž se grafická vyobrazení ovoce, která mohou uvést uživatele v omyl, pokud jde o použití kapalných výrobků, nesmějí objevit na obalech, ve kterých jsou detergenty nabízeny k prodeji spotřebiteli.

## *Článek 12*

### **Postup projednávání ve výboru**

1. Komisi je nápomocen výbor.
2. Odkazuje-li se na tento odstavec, použijí se články 5 a 7 rozhodnutí 1999/468/ES s ohledem na článek 8 zmíněného rozhodnutí.

Doba uvedená v čl. 5 odst. 6 rozhodnutí 1999/468/ES je tři měsíce.

3. Výbor přijme svůj jednací řád.

## *Článek 13*

### **Přizpůsobení příloh**

1. Změny nezbytné pro přizpůsobení příloh se přijímají postupem podle čl. 12 odst. 2 a tam, kde je to možné, se použijí evropské normy.
2. Změny nebo doplnění nezbytné zejména pro použití pravidel tohoto nařízení pro detergenty na bázi rozpouštědel se přijímají postupem podle čl. 12 odst. 2.

## *Článek 14*

### **Doložka o volném pohybu**

Členské státy nesmějí zakazovat, omezovat nebo bránit uvádění detergentů nebo povrchově aktivních látek pro detergenty, které jsou v souladu s požadavky tohoto nařízení, na trh z důvodů, které jsou předmětem tohoto nařízení.

Členské státy mohou zachovat nebo stanovit vnitrostátní předpisy týkající se používání fosforečnanů v detergentech až do další harmonizace.

## *Článek 15*

### **Ochranná doložka**

1. Má-li členský stát oprávněné důvody domnívat se, že určitý detergent, přestože je v souladu s požadavky tohoto nařízení, představuje riziko pro bezpečnost nebo zdraví lidí nebo zvířat nebo riziko pro životní prostředí, může dočasně zakázat uvádění tohoto detergentu na trh na svém území nebo jej dočasně podrobit zvláštním podmínkám.

Neprodleně o tom uvědomí ostatní členské státy a Komisi a uvede důvody pro své rozhodnutí.

2. Rozhodnutí o této záležitosti se přijme po konzultaci s členskými státy nebo podle potřeby s příslušným technickým nebo vědeckým výborem Komise do 90 dnů postupem podle čl. 12 odst. 2.

## *Článek 16*

### **Přezkum**

1. Komise do 8. dubna 2007 zhodnotí, předloží zprávu a tam, kde je to opodstatněné, předloží návrh právních předpisů týkajících se používání fosforečnanů s ohledem na postupné ukončení jejich používání nebo omezení specifických použití.

2. Komise do 8. dubna 2009 přezkoumá uplatňování tohoto nařízení, přičemž věnuje zvláštní pozornost biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek, a zhodnotí, předloží zprávu a tam, kde je to opodstatněné, předloží návrh právních předpisů týkajících se

- anaerobního biologického rozkladu,
- biologického rozkladu hlavních povrchově neaktivních organických složek detergentů.

### *Článek 17*

#### **Právní předpisy, které se zrušují**

1. S účinkem od 8. října 2005 se zrušují tyto směrnice:
  - směrnice 73/404/EHS,
  - směrnice 73/405/EHS,
  - směrnice 82/242/EHS,
  - směrnice 82/243/EHS a
  - směrnice 86/94/EHS.
2. Doporučení 89/542/EHS se zrušuje s účinkem od 8. října 2005.
3. Odkazy na zrušené směrnice se považují za odkazy na toto nařízení.
4. Členské státy zruší právní a správní předpisy přijaté podle směrnic stanovených v odstavci 1 nebo podle doporučení uvedeného v odstavci 2 ke dni vstupu tohoto nařízení v platnost.

### *Článek 18*

#### **Sankce**

1. Do 8. října 2005 členské státy přijmou
  - vhodná právní a správní opatření, jimiž se řeší porušení tohoto nařízení, a
  - odrazující, účinné a přiměřené sankce za každé porušení tohoto nařízení.Součástí toho jsou opatření, která umožní zadržet zásilky detergentů, ež nejsou v souladu s tímto nařízením.
2. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.



*Článek 19*

**Vstup v platnost**

Toto nařízení vstupuje v platnost dnem 8. října 2005.

Toto nařízení je závazné v celém rozsahu a přímo použitelné ve všech členských státech.

Ve Štrasburku dne 31. března 2004.

*Za Evropský parlament*  
*předseda*  
P. COX

*Za Radu*  
*předseda*  
D. ROCHE

## PŘÍLOHA I

**Normy pro akreditaci, správnou laboratorní praxi a ochranu zvířat týkající se laboratoří, které jsou odborně způsobilé a oprávněné k poskytování nezbytných služeb pro kontrolu souladu detergentů s požadavky tohoto nařízení a jeho příloh**

1. *Normy použitelné na úrovni laboratoří:*

EN ISO/IEC 17025, Obecné požadavky na odbornou způsobilost zkušebních a kalibračních laboratoří;

Směrnice 2004/10/ES;

Směrnice Rady 86/609/EHS.

2. *Normy použitelné na úrovni akreditačních orgánů a orgánů monitorujících správnou laboratorní praxi:*

EN 45003, Systém akreditace kalibračních a zkušebních laboratoří, obecné požadavky na provoz a uznávání;

Směrnice 2004/9/ES.

## PŘÍLOHA II

### ZKUŠEBNÍ METODY PRIMÁRNÍ BIOLOGICKÉ ROZLOŽITELNOSTI PRO POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY V DETERGENTECH

Primární biologická rozložitelnost se měří na základě stanovení zbytkové hladiny původních aktivních látek v biologicky rozkládaných kapalinách. Na začátku této přílohy je uveden seznam zkušebních metod, které jsou společné pro všechny třídy povrchově aktivních látek, a dále jsou uvedeny pod záhlavími A až D postupy analytických zkoušek specifické pro každou třídu povrchově aktivních látek.

Kritériem úspěšnosti primární biologické rozložitelnosti je úroveň nejméně 80 % změřená podle zkušebních metod uvedených níže.

Referenční metoda pro laboratorní zkoušení povrchově aktivních látek v tomto nařízení je založena na postupu potvrzující zkoušky v metodě OECD popsáném v bodě 1 přílohy VIII. Změny v postupu potvrzující zkoušky jsou přípustné, pokud jsou v souladu s EN ISO 11733.

#### Zkušební metody

1. Metoda OECD zveřejněná v technické zprávě OECD ze dne 11. června 1976 „Návrh metody pro stanovení biologické rozložitelnosti povrchově aktivních látek v syntetických detergentech“.
2. Metoda používaná ve Francii, schválená vyhláškou ze dne 24. prosince 1987 zveřejněnou v *Journal officiel de la République française* ze dne 30. prosince 1987, s. 15385, a normy NF 73-260 z června 1981 zveřejněné Association française de normalisation (AFNOR).
3. Metoda používaná v Německu, zavedená „nařízením o rozložitelnosti iontových a neiontových povrchově aktivních látek v pracích a čisticích prostředcích“ ze dne 30. ledna 1977 zveřejněným v *Bundesgesetzblatt* 1977, část I, s. 244, jak je uvedena v nařízení o změně uvedeného nařízení ze dne 4. června 1986, zveřejněném v *Bundesgesetzblatt* 1986, část I, s. 851.
4. Metoda používaná ve Spojeném království pod názvem „Porous Pot Test“ („Zkouška v porézní nádobě“) a popsána v technické zprávě č. 70 (1978) Water Research Centre.
5. „Postup potvrzující zkoušky“ podle metody OECD popsáný v bodě 1 přílohy VIII (včetně možných změn v pracovních podmínkách, jak je navrženo v EN ISO 11733). Toto je rovněž referenční metoda používaná k urovnání sporů.

## A. ANALYTICKÉ METODY PRO ANIONTOVÉ POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY

Stanovení aniontových povrchově aktivních látek při zkouškách se provádí pomocí analýzy na látku s aktivní reakcí na methylenovou modř (Methylene Blue Active Substance – MBAS) podle kritérií stanovených v bodě 2 přílohy VIII. Pro ty aniontové povrchově aktivní látky, které nereagují v rámci výše uvedené metody MBAS, nebo pokud se to zdá být vhodnější z důvodů účinnosti nebo přesnosti, se použijí vhodné specifické instrumentální analýzy, jako je vysoce účinná kapalinová chromatografie (High Performance Liquid Chromatography – HPLC) nebo plynová chromatografie (Gas Chromatography – GC). Vzorky dané čisté povrchově aktivní látky poskytne výrobce na požádání příslušnému orgánu členského státu.

## B. ANALYTICKÉ METODY PRO NEIONTOVÉ POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY

Stanovení neiontových povrchově aktivních látek při zkouškách se provádí metodou látky s aktivní reakcí na bismut (Bismut Active Substance – BiAS) podle analytického postupu stanoveného v bodě 3 přílohy VIII.

Pro ty neiontové povrchově aktivní látky, které nereagují v rámci výše uvedené metody BiAS, nebo pokud se to zdá být vhodnější z důvodů účinnosti nebo přesnosti, se použijí vhodné specifické instrumentální analýzy, jako je HPLC nebo GC. Vzorky dané čisté povrchově aktivní látky poskytne výrobce na požádání příslušnému orgánu členského státu.

## C. ANALYTICKÉ METODY PRO KATIONTOVÉ POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY

Stanovení kationtových povrchově aktivních látek při zkouškách se provádí pomocí analýzy na látku s aktivní reakcí na disulfínovou modř (Disulfine Blue Active Substance – DBAS) podle těchto postupů DBAS:

Metoda používaná ve Spolkové republice Německo, (1989) DIN 38 409 – vydání: 1989-07.

Pro ty kationtové povrchově aktivní látky, které nereagují v rámci výše uvedené zkušební metody, nebo pokud se to zdá být vhodnější z důvodů účinnosti nebo přesnosti (nutno odůvodnit), se použijí vhodné specifické instrumentální analýzy, jako je HPLC nebo GC. Vzorky dané čisté povrchově aktivní látky poskytne výrobce na požádání příslušnému orgánu členského státu.

## D. ANALYTICKÉ METODY PRO AMFOTERNÍ POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY

Stanovení amfoterních povrchově aktivních látek při zkouškách se provádí pomocí analýzy podle těchto postupů:

1. za nepřítomnosti kationtů:

Metoda používaná ve Spolkové republice Německo, (1989) DIN 38 409 – část 20;

2. v ostatních případech:

Metoda Orange II (Boiteaux, 1984)

Pro ty amfoterní povrchově aktivní látky, které nereagují v rámci výše uvedených zkoušek, nebo pokud se to zdá být vhodnější z důvodů účinnosti a přesnosti (nutno odůvodnit), se použijí vhodné specifické instrumentální analýzy, jako je HPLC nebo GC. Vzorky dané čisté povrchově aktivní látky poskytne výrobce na požádání příslušnému orgánu členského státu.

### PŘÍLOHA III

## ZKUŠEBNÍ METODY KONEČNÉ BIOLOGICKÉ ROZLOŽITELNOSTI (MINERALIZACE) PRO POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY V DETERGENTECH

- A. Referenční metoda pro laboratorní zkoušení konečného biologického rozkladu povrchově aktivní látky v tomto nařízení je založena na normě EN ISO 14593: 1999 (CO<sub>2</sub> headspace test).

Povrchově aktivní látky v detergentech se považují za biologicky rozložitelné, pokud úroveň biologické rozložitelnosti (mineralizace) měřená podle jedné z pěti níže uvedených zkoušek<sup>24</sup> je nejméně 60 % za 28 dní:

1. EN ISO 14593: 1999. Jakost vody. – Hodnocení konečné aerobní biologické rozložitelnosti organických látek ve vodním prostředí. – Metoda analýzy anorganického uhlíku v uzavřených nádobách (CO<sub>2</sub> headspace test). Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije. (Referenční metoda).
2. Metoda podle přílohy V.C.4-C směrnice 67/548/EHS (Uvolňování oxidu uhličitého (CO<sub>2</sub>) – modifikovaná Sturmova zkouška): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije.
3. Metoda podle přílohy V.C.4-E směrnice 67/548/EHS (Zkouška v uzavřených lahvích): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije.
4. Metoda podle přílohy V.C.4-D směrnice 67/548/EHS (Manometrická respirometrie): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije.
5. Metoda podle přílohy V.C.4-F směrnice 67/548/EHS (Zkouška MITI: Ministry of International Trade and Industry – Japonsko): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije.

- B. V závislosti na fyzikálních vlastnostech povrchově aktivní látky je možné použít jednu z níže uvedených metod, pokud je to náležitě odůvodněno<sup>25</sup>. Je vhodné poznamenat, že kritérium úspěšnosti nejméně 70 % u těchto metod se považuje za rovnocenné kritériu úspěšnosti nejméně 60 % u metod uvedených v bodu A. O vhodnosti volby jedné z níže uvedených metod se rozhodne potvrzením každého jednotlivého případu v souladu s článkem 5 tohoto nařízení.

---

<sup>24</sup> Těchto pět zkoušek se osvědčilo jako nejvhodnější pro povrchově aktivní látky.

<sup>25</sup> Metody DOC by mohly poskytovat výsledky o odstraňování a nikoli o konečném biologickém rozkladu. Manometrická respirometrie a zkouška MITI by v některých případech nebyly vhodné, protože vysoká koncentrace při počáteční zkoušce by mohla působit inhibičně.

1. Metoda podle přílohy V.C.4-A směrnice 67/548/EHS (Úbytek rozpuštěného organického uhlíku (Dissolve Organic Carbon –DOC)): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije. Kritéria úspěšnosti pro biologickou rozložitelnost měřenou pomocí této zkoušky musí být nejméně 70 % za 28 dní.
2. Metoda podle přílohy V.C.4–B směrnice 67/548/EHS (Modifikovaná screeningová zkouška OECD – úbytek rozpuštěného organického uhlíku (DOC)): Bez předúpravy. Zásada desetidenního období rozkladu se nepoužije. Kritéria úspěšnosti pro biologickou rozložitelnost měřenou pomocí této zkoušky musí být nejméně 70 % za 28 dní.

Poznámka: Všechny výše uvedené metody, přejaté ze směrnice Rady 67/548/EHS, je možno nalézt rovněž v publikaci „Klasifikace, balení a označování nebezpečných látek v Evropské unii“, část 2: „Metody zkoušení“, Evropská komise 1997, ISBN 92-828-0076-8.

## PŘÍLOHA IV

### DOPLŇKOVÉ POSOUZENÍ RIZIKA PRO POVRCHOVĚ AKTIVNÍ LÁTKY V DETERGENTECH

Pro ty povrchově aktivní látky, pro které je k dispozici posouzení rizika pro životní prostředí v souvislosti se směrnicí 93/67/EHS nebo nařízením (EHS) č. 793/93 a nařízením (EHS) č. 1488/94 a s technickými pokyny, se toto posouzení rizika vezme v úvahu společně s doplňkovým posouzením rizika provedeným v rámci tohoto nařízení.

Doplňkové posouzení rizika provedené v rámci tohoto nařízení v případě, že je pravděpodobný vznik obtížně rozložitelných metabolitů, se vezme v úvahu v souvislosti s posouzením rizika provedeným na základě směrnice 93/67/EHS nebo nařízení (EHS) č. 793/93. Mělo by být hodnoceno případ od případu, a zejména na základě výsledků zkoušek uvedených v části 3.

Studie musí zahrnovat vodní složku životního prostředí. V jednotlivých případech by mohl výbor uvedený v čl. 12 odst. 2 požadovat doplňující informace týkající se specifických otázek posouzení rizika. Doplňující informace by se mohly dotýkat dalších složek životního prostředí, jako jsou odpadní kaly nebo půda. Pokud jde o informace požadované pro technickou dokumentaci, které jsou uvedeny v člancích 5 a 9, je nutné přijmout stupňovitý přístup. Dokumentace musí obsahovat alespoň informace popsané níže v bodech 1, 2 a 3.

Aby se minimalizovalo zkoušení, a zejména aby se zabránilo zbytečnému zkoušení na zvířatech, měly by se doplňkové studie uvedené v bodě 4.2.2 vyžadovat pouze tehdy, pokud jsou takové informace nezbytné a přiměřené. V případě sporu o rozsah požadovaných doplňujících informací je možné přijmout rozhodnutí postupem podle čl. 12 odst. 2.

Jak je uvedeno v článku 13, pokyny obsažené v této příloze pro rozhodování o výjimkách mohou být podle potřeby upraveny na základě nashromážděných zkušeností.

1. *Identita povrchově aktivní látky (v souladu s přílohou VII.A směrnice 67/548/EHS)*
  - 1.1 Název
    - 1.1.1 Názvy podle názvosloví IUPAC
    - 1.1.2 Jiné názvy
    - 1.1.3 Číslo CAS a název podle CAS (je-li k dispozici)



- 1.1.4 Čísla EINECS<sup>26</sup> nebo ELINCS<sup>27</sup> (jsou-li k dispozici)
- 1.2 Molekulární a strukturní vzorec
- 1.3 Složení povrchově aktivní látky
2. *Informace o povrchově aktivní látce*
- 2.1 Množství povrchově aktivní látky používané v detergentech
- 2.2 Informace o způsobech použití uvedené v této části musí být dostačující k provedení přibližného, avšak realistického odhadu funkce a expozice životního prostředí povrchově aktivní látky v souvislosti s jejím použitím v detergentech. Mezi ně patří:
- význam použití (společenská hodnota),
  - podmínky použití (scénář uvolnění),
  - použitý objem,
  - dostupnost a vhodnost náhradních řešení (výkonnostní a hospodářská hlediska),
  - posouzení příslušných informací o životním prostředí.
3. *Informace o potenciálních obtížně rozložitelných metabolitech*
- Poskytnou se informace o toxicitě zkoušených kapalin. Pokud nejsou k dispozici žádné údaje o identitě reziduí, mohou se podle potenciálního rizika, důležitosti a množství povrchově aktivní látky používané v detergentech požadovat informace uvedené v bodu 4.2.1. Ve sporných případech týkajících se těchto informací se přijme rozhodnutí postupem podle čl. 12 odst. 2.
4. *Doplňkové studie*
- 4.1 Zkoušky biologické rozložitelnosti
- 4.1.1 Předupravená očkovací látka
- Všechny zkoušky popsané v příloze III se mohou provádět s předupravenou očkovací látkou, aby se získal doklad o důležitosti předúpravy pro povrchově aktivní látku.
- 4.1.2 Zkoušky vlastní biologické rozložitelnosti

---

<sup>26</sup> Evropský seznam existujících obchodovaných chemických látek (European Inventory of Existing Commercial Substances).

<sup>27</sup> Evropský seznam oznámených chemických látek (European List of Notified Chemical Substances).

Musí mezi ně být zahrnuta alespoň jedna z těchto zkoušek:

- metoda podle přílohy V.C.12 směrnice 67/548/EHS (Modifikovaná zkouška SCAS);
- metoda podle přílohy V.C.9 směrnice 67/548/EHS (Zahn-Wellensova zkouška).

Negativní výsledek zkoušky vlastní biologické rozložitelnosti by svědčil o potenciální perzistenci, což může být obecně považováno za dostatečný důvod k tomu, aby bylo uvádění takové povrchově aktivní látky na trh zakázáno, s výjimkou případů, kdy kritéria uvedená v článku 6 naznačují, že zamítnutí výjimky není opodstatněné.

#### 4.1.3 Simulační zkoušky biologické rozložitelnosti s aktivovaným kalem

Musí mezi ně být zahrnuty tyto zkoušky:

- metoda podle přílohy V.C.10 směrnice 67/548/EHS (včetně možných změn v pracovních podmínkách navržených v EN ISO 11733).

Negativní výsledek simulační zkoušky biologické rozložitelnosti s aktivovaným kalem by svědčil o potenciálním uvolňování metabolitů při čištění odpadních vod, což může být obecně považováno za doklad potřeby úplnějšího posouzení rizika.

#### 4.2 Zkoušení toxicity kapalin vznikajících při zkouškách biologického rozkladu

Poskytnou se níže uvedené informace o toxicitě zkušebních kapalin:

##### 4.2.1 Chemické a fyzikální informace, jako jsou:

- identita metabolitu (a analytické prostředky, kterými byl získán),
- klíčové fyzikálně-chemické vlastnosti (rozpuštěnost ve vodě, rozdělovací koeficient oktanol-voda ( $\log K_{o/w}$ ), atd.).

##### 4.2.2 Účinky na organismy. Zkoušky prováděné v souladu se zásadami správné laboratorní praxe.

Ryby: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.1 směrnice 67/548/EHS.

Dafnie: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.2 směrnice 67/548/EHS.

Řasy: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.3 směrnice 67/548/EHS.

Bakterie: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.11 směrnice 67/548/EHS.

#### 4.2.3 Rozklad

Biotický: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.5 směrnice 67/548/EHS.

Abiotický: doporučenou zkouškou je zkouška v příloze V.C.7 směrnice 67/548/EHS. V informacích, které se poskytnou, se rovněž zohlední potenciální schopnost metabolitů k biokoncentraci a jejich rozdělení do fáze sedimentu.

Pokud navíc existuje u některých metabolitů podezření, že narušují endokrinní činnost, doporučuje se zjistit, zda tyto metabolity mají potenciální schopnost vyvolávat nepříznivé účinky, jakmile budou k dispozici validované zkušební systémy pro posouzení takových nepříznivých účinků.

Poznámka: Všechny výše uvedené zkoušky je možno nalézt v publikaci „Klasifikace, balení a označování nebezpečných látek v Evropské unii“, část 2: „Metody zkoušení“, Evropská komise 1997, ISBN 92-828-0076-8.

## PŘÍLOHA V

### SEZNAM POVRCHOVĚ AKTIVNÍCH LÁTEK, KTERÉ ZÍSKALY VÝJIMKU

Níže uvedené povrchově aktivní látky obsažené v detergentech, které prošly zkouškami stanovenými v příloze II, avšak nikoli zkouškami stanovenými v příloze III, mohou být uvedeny na trh na základě výjimky stanovené v článku 5 a postupem podle čl. 12 odst. 2.

Název podle názvosloví IUPAC	Číslo EINECS nebo ELINCS	Číslo CAS a název CAS	Omezení

„EINECS“ je Evropský seznam existujících obchodovaných chemických látek. Tento seznam je konečný a obsahuje všechny látky, o nichž se má za to, že byly na trhu Společenství ke dni 18. září 1981.

„ELINCS“ je seznam nových chemických látek, jak je definován ve směrnici Rady 92/32/EHS ze dne 30. dubna 1992, kterou se po sedmé mění směrnice 67/548/EHS o sblížení právních a správních předpisů týkajících se klasifikace, balení a označování nebezpečných látek<sup>28</sup>.

---

<sup>28</sup> Úř. věst. L 154, 5. 6. 1992, s. 1.

*PŘÍLOHA VI*

**SEZNAM POVRCHOVĚ AKTIVNÍCH LÁTEK OBSAŽENÝCH  
V DETERGENTECH, KTERÉ JSOU ZAKÁZÁNY NEBO PODLÉHAJÍ  
OMEZENÍ**

Bylo zjištěno, že níže uvedené povrchově aktivní látky obsažené v detergitech nejsou v souladu s tímto nařízením:

Název podle názvosloví IUPAC	Číslo EINECS nebo ELINCS	Číslo CAS a název CAS	Omezení

„EINECS“ je Evropský seznam existujících obchodovaných chemických látek. Tento seznam je konečný a obsahuje všechny látky, o nichž se má za to, že byly na trhu Společenství ke dni 18. září 1981.

„ELINCS“ je seznam nových chemických látek, jak je definován ve směrnici Rady 92/32/EHS.

## PŘÍLOHA VII

### OZNAČOVÁNÍ A DATOVÝ LIST SLOŽEK

#### A. Označování obsahu

Níže uvedená ustanovení o označování se použijí na obaly detergentů prodávaných veřejnosti.

Tato rozpětí hmotnostních procent:

- méně než 5 %,
- 5 % nebo více, avšak méně než 15 %,
- 15 % nebo více, avšak méně než 30 %,
- 30 % a více,

se použijí pro udání obsahu níže uvedených složek, pokud jsou přidávány v koncentraci vyšší než 0,2 % hmot.:

- fosforečnany,
- fosfonáty,
- aniontové povrchově aktivní látky,
- kationtové povrchově aktivní látky,
- amfoterní povrchově aktivní látky,
- neiontové povrchově aktivní látky,
- bělicí činidla na bázi kyslíku,
- bělicí činidla na bázi chloru,
- EDTA a její soli,
- NTA (nitriltriocetová kyselina) a její soli,
- fenoly a halogenované fenoly,
- paradichlorbenzen,
- aromatické uhlovodíky,
- alifatické uhlovodíky,
- halogenované uhlovodíky,

- mýdlo,
- zeolity,
- polykarboxyláty.

Pokud jsou přidávány níže uvedené třídy složek, musí být uvedeny bez ohledu na jejich koncentraci:

- enzymy,
- dezinfekční prostředky,
- optické zjasňovače,
- parfémy.

Pokud jsou přidávána konzervační činnidla, musí být uvedena bez ohledu na jejich koncentraci, přičemž se použije pokud možno obecné názvosloví stanovené v článku 8 směrnice Rady 76/768/EHS ze dne 27. července 1976 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se kosmetických prostředků<sup>29</sup>.

Pokud jsou přidávány jako takové v koncentracích vyšších než 0,01 % hmot. alergenní vonné látky, které se vyskytují v seznamu látek v příloze III části I směrnice 76/768/EHS v důsledku její změny směrnicí Evropského parlamentu a Rady 2003/15/ES<sup>30</sup> provedené za účelem zařazení alergenních parfémových složek ze seznamu poprvé zřízeného Vědeckým výborem pro kosmetické prostředky a nepotravinářské výrobky (SCCNFP) v jeho stanovisku SCCNFP/0017/98, musí být uvedeny, přičemž se použije názvosloví uvedené směrnice, a stejně tak musí být uvedeny i ostatní vonné látky, které byly následně doplněny do přílohy III části I směrnice 76/768/EHS v rámci přizpůsobení uvedené přílohy technickému pokroku.

Jestliže následně SCCNFP stanoví individuální koncentrační limity pro alergenní vonné látky založené na riziku, Komise navrhne postupem podle čl. 12 odst. 2 přijetí takových limitů, které nahradí výše zmíněný limit 0,01 %.

U detergentů určených k použití v průmyslu a nedostupných veřejnosti nemusí být splněny výše uvedené požadavky, jsou-li rovnocenné informace poskytnuty prostřednictvím technických listů, bezpečnostních listů nebo jiným vhodným způsobem.

## **B. Označování informací o dávkování**

Jak je předepsáno v čl. 11 odst. 4, níže uvedená ustanovení o označování se použijí na obaly detergentů prodávaných veřejnosti. Na obalech detergentů prodávaných veřejnosti a určené pro použití jako prací prostředky musí být uvedeny tyto informace:

---

<sup>29</sup> Úř. věst. L 262, 27. 9. 1976, s. 169. Směrnice naposledy pozměněná směrnicí Komise 2003/83/ES (Úř. věst. L 238, 25. 9. 2003, s. 23).

<sup>30</sup> Úř. věst. L 66, 11. 3. 2003, s. 26.

- doporučená množství nebo pokyny pro dávkování vyjádřené v mililitrech nebo gramech vhodných pro standardní náplň pračky při použití měkké, středně tvrdé a tvrdé vody a zohlednění jednoho nebo dvou pracích cyklů;
- pro detergenty s vysokou účinností počet standardních náplní pračky „běžně znečištěnými“ tkaninami a pro detergenty určené pro jemné tkaniny počet standardních náplní pračky lehce znečištěnými tkaninami, které je možno prát při použití vody střední tvrdosti odpovídající 2,5 milimolů  $\text{CaCO}_3/\text{l}$ ,
- obsah každé odměrné nádoby, pokud je přiložena, se uvede v mililitrech nebo gramech a nádoba se opatří značkami, které ukazují dávku detergentu vhodnou pro standardní náplň pračky při použití měkké, středně tvrdé a tvrdé vody.

Standardní náplň pračky je 4,5 kg suchého prádla pro detergenty s vysokou účinností a 2,5 kg suchého prádla pro detergenty s nízkou účinností je v souladu s definicemi uvedenými v rozhodnutí Komise 1999/476/ES ze dne 10. června 1999, kterým se stanovují ekologická kritéria pro udělení ekoznačky Společenství pracím prostředkům<sup>31</sup>. Detergent se považuje za vysoce účinný, pokud ho výrobce nehodnotí jako „šetrný k textilu“ (praní při nízké teplotě, jemná vlákna a barvy).

### C. Datový list složek

Níže uvedená ustanovení se vztahují na uvádění složek v datovém listu uvedeném v čl. 9 odst. 3.

Datový list obsahuje název detergentu a jméno výrobce.

Všechny složky se uvedou v sestupném pořadí podle hmotnosti a seznam se rozdělí podle těchto rozpětí hmotnostních procent:

- 10 % nebo více,
- 1 % nebo více, avšak méně než 10 %,
- 0,1 % nebo více, avšak méně než 1 %,
- méně než 0,1 %.

Nečistoty se nepovažují za složky.

Pro každou složku je třeba uvést obecný chemický název nebo název podle IUPAC<sup>32</sup>, číslo CAS a název podle INCI<sup>33</sup>, pokud je k dispozici, a název podle Evropského lékopisu.

<sup>31</sup> Úř. věst. L 187, 20. 7. 1999, s. 52. Rozhodnutí naposledy pozměněné rozhodnutím 2003/200/ES (Úř. věst. L 76, 22. 3. 2003, s. 25).

<sup>32</sup> Mezinárodní unie pro čistou a užitou chemii.

<sup>33</sup> Mezinárodní názvosloví kosmetických přísad.



#### **D. Zveřejnění seznamu složek**

Výrobci zveřejní na internetové stránce výše zmíněný datový list složek s výjimkou těchto informací:

- rozpětí hmotnostních procent;
- složky parfémů a vonných silic;
- složky barviv.

Tato povinnost se nevztahuje na detergenty obsahující povrchově aktivní látky pro potřeby průmyslu nebo institucí ani na povrchově aktivní látky pro potřeby průmyslu nebo institucí, pro které jsou k dispozici technické nebo bezpečnostní listy.

## PŘÍLOHA VIII

### ZKUŠEBNÍ A ANALYTICKÉ METODY

Níže uvedené zkušební a analytické metody se používají při kontrolních postupech pro detergenty na trhu prováděných členskými státy.

#### 1. Referenční metoda (potvrzující zkouška)

##### 1.1 *Definice*

Tato metoda popisuje laboratorní model zahrnující aktivovaný kal + sekundární usazovací nádobu, která je konstruována tak, aby simulovala čištění komunálních odpadních vod. Popsané podmínky jsou shodné s podmínkami uvedenými ve směrnících, které předcházely tomuto nařízení. Na tuto zkušební metodu je možno použít zdokonalené moderní provozní podmínky, jak jsou popsány v EN ISO 11733.

##### 1.2 *Zařízení potřebné pro měření*

Měřicí metoda používá zařízení pracující s nízce aktivovaným kalem, které je znázorněno na obrázku 1 a podrobněji na obrázku 2. Zařízení sestává ze zásobníku syntetické odpadní vody A, dávkovacího čerpadla B, provzdušňovací nádoby C, usazovací nádoby D, mamutky E pro recyklaci aktivovaného kalu a nádoby F pro jímání vycištěné odtokové vody.

Nádoby A a F musí být ze skla nebo vhodného plastu a o objemu nejméně 24 litrů. Čerpadlo B musí zabezpečovat stálý průtok syntetické odpadní vody do provzdušňovací nádoby; tato nádoba obsahuje za běžného provozu tři litry směsné kapaliny. Sintrovaná provzdušňovací kostka G je zavěšena v nádobě C ve vrcholu kužele. Množství vzduchu procházejícího provzdušňovačem se sleduje pomocí průtokoměru H.

##### 1.3. *Syntetická odpadní voda*

Při zkoušce se používá syntetická odpadní voda. V jednom litru vodovodní vody se rozpustí

- 160 mg peptonu,
- 110 mg masového extraktu,
- 30 mg močoviny,  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ,
- 7 mg chloridu sodného,  $\text{NaCl}$ ,
- 4 mg chloridu vápenatého,  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,

- 2 mg síranu hořečnatého,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,
- 28 mg hydrogenfosforečnanu didraselného,  $\text{K}_2\text{HPO}_4$
- a  $10 \pm 1$  mg povrchově aktivní látky.

Syntetická odpadní voda se připravuje denně čerstvá.

#### 1.4 *Příprava vzorků*

Neformulované povrchově aktivní látky se zkoumají v původním stavu. Musí být stanoven aktivní obsah povrchově aktivní látky ve vzorcích, aby bylo možné připravit syntetickou odpadní vodu (1.3).

#### 1.5 *Činnost zařízení*

Nejprve se naplní provzdušňovací nádoba C a usazovací nádoba D syntetickou odpadní vodou. Výšku nádoby D je třeba nastavit tak, aby objem obsažený v provzdušňovací nádobě C odpovídal 3 litrům. Naočkování se provede přidáním 3 ml sekundárně vyčištěné odtokové vody dobré kvality, čerstvě odebrané z čistírny pracující převážně s domovní odpadní vodou. Tuto odtokovou vodu je nutno v období mezi odběrem a použitím uchovávat v aerobních podmínkách. Poté se uvede do provozu provzdušňovací zařízení G, mamutka E a dávkovací zařízení B. Syntetická odpadní voda musí protékat provzdušňovací nádobou C rychlostí jednoho litru za hodinu; z toho vyplývá, že průměrná retenční doba je 3 hodiny.

Rychlost provzdušňování je nutno regulovat tak, aby obsah nádoby C byl neustále udržován v suspenzi a obsah rozpuštěného kyslíku byl nejméně 2 mg/l. Vhodnými prostředky je nutno zabránit pění. Nesmějí se používat činidla proti pění, která inhibují aktivovaný kal nebo obsahují povrchově aktivní látku. Mamutku E je třeba nastavit tak, aby se aktivovaný kal z usazovací nádoby kontinuálně a pravidelně recykloval do provzdušňovací nádoby C. Kal, který se nashromáždil v okolí horní části provzdušňovací nádoby C, na dně usazovací nádoby D nebo v cirkulačním okruhu, je nutno vracet do cirkulace nejméně jednou denně seškrábáním kartáčem nebo jiným vhodným způsobem. Pokud se kal neusazuje, je možno zvýšit jeho schopnost usazování přidávkou 2ml dávek 5% roztoku chloridu železitého, opakovanými podle potřeby.

Odtoková voda z usazovací nádoby D se jímá po dobu 24 hodin v nádobě F, poté se po důkladném promíšení odebere vzorek. Nádobu F je pak nutno pečlivě vyčistit.

#### 1.6 *Kontrola měřicího zařízení*

Obsah povrchově aktivní látky (v mg/l) v syntetické odpadní vodě se stanoví bezprostředně před použitím.

Obsah povrchově aktivní látky (v mg/l) v odtokové vodě jímané po dobu 24 hodin v nádobě F je třeba stanovit analyticky stejnou metodou ihned po odběru; jinak je nutno vzorky uchovat, nejlépe zmrazením. Koncentrace je třeba stanovit s přesností na 0,1 mg/l povrchově aktivní látky.

Pro kontrolu účinnosti procesu se nejméně dvakrát týdně měří chemická spotřeba kyslíku (CHSK) nebo obsah rozpuštěného organického uhlíku (DOC) v odtokové vodě zfiltrované přes skelnou vatu a jímané v nádobě F a ve zfiltrované syntetické odpadní vodě v nádobě A.

Úbytek CHSK nebo DOC by se měl ustálit při dosažení přibližně pravidelného denního rozkladu povrchově aktivní látky na konci záběhové doby znázorněné na obrázku 3.

Obsah sušiny v aktivovaném kalu obsaženém v provzdušňovací nádobě je nutno stanovit dvakrát týdně (v g/l). Pokud je jí více než 2,5 g/l, je třeba nadbytečný aktivovaný kal odstranit.

Zkouška rozkladu se provádí při pokojové teplotě; tato teplota musí být stálá a musí se udržovat mezi 19-24 °C.

#### 1.7 *Výpočet biologické rozložitelnosti*

Výpočet procenta rozkladu povrchově aktivní látky se provádí denně na základě obsahu povrchově aktivní látky v mg/l v syntetické odpadní vodě a v odpovídající odtokové vodě jímané v nádobě F.

Takto získané hodnoty rozložitelnosti se znázorňují graficky, jak je uvedeno na obrázku 3.

Rozložitelnost povrchově aktivní látky se vypočte jako aritmetický průměr hodnot získaných během 21 dní následujících po záběhové a aklimatizační době, během nichž byl rozklad pravidelný a provoz zařízení bezporuchový. V žádném případě by nemělo trvání záběhové doby přesáhnout šest týdnů.

Denní hodnoty rozkladu se počítají s přesností na 0,1 %, ale konečný výsledek se udává zaokrouhlený na celé číslo.

V některých případech je možno připustit nižší frekvenci odběru vzorků, avšak pro výpočet průměrné hodnoty je třeba použít nejméně 14 hodnot získaných během 21 dní následujících po záběhové době.

## 2. **Stanovení aniontových povrchově aktivních látek při zkouškách biologické rozložitelnosti**

### 2.1 *Princip*

Metoda je založena na skutečnosti, že kationtové barvivo methylenová modř tvoří modré soli s aniontovými povrchově aktivními látkami (MBAS), které je možno extrahovat chloroformem. Aby se vyloučila interference, extrahuje se nejprve z alkalického roztoku a extrakt se pak třepe s kyselým roztokem

methylenové modři. Absorbance separované organické fáze se měří fotometricky při vlnové délce maximální absorpce 650 nm.

## 2.2 Činidla a vybavení

### 2.2.1 Tlumivý roztok pH 10

V deionizované vodě se rozpustí 24 g hydrogenuhličitanu sodného,  $\text{NaHCO}_3$  p.a., a 27 g bezvodého uhličitanu sodného ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) p.a. a zředí se na 1000 ml.

### 2.2.2 Neutrální roztok methylenové modři

V deionizované vodě se rozpustí 0,35 g methylenové modři p.a. a zředí se na 1000 ml. Roztok je třeba připravit nejméně 24 hodin před použitím. Absorbance slepého stanovení chloroformové fáze měřená proti chloroformu nesmí být při 650 nm vyšší než 0,015 na 1 cm tloušťky vrstvy.

### 2.2.3 Kyselý roztok methylenové modři

V 500 ml deionizované vody se rozpustí 0,35 g methylenové modři p.a. a smísí se s 6,5 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d = 1,84 \text{ g/ml}$ ). Roztok se zředí deionizovanou vodou na 1000 ml. Roztok je třeba připravit nejméně 24 hodin před použitím. Absorbance slepého stanovení chloroformové fáze měřená proti chloroformu nesmí být při 650 nm vyšší než 0,015 na 1 cm tloušťky vrstvy.

### 2.2.4 Chloroform (trichlormethan) p.a. čerstvě predestilovaný

### 2.2.5 Methylester kyseliny dodecylbenzensulfonové

### 2.2.6 Ethanolový roztok hydroxidu draselného, KOH 0,1 M

### 2.2.7 Ethanol čistý, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

### 2.2.8 Kyselina sírová, $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0,5 M

### 2.2.9 Roztok fenolftaleinu

1 g fenolftaleinu se rozpustí v 50 ml ethanolu a za stálého míchání se přidá 50 ml deionizované vody. Případné sraženiny se odfiltrují.

### 2.2.10 Roztok kyseliny chlorovodíkové v methanolu: 250 ml kyseliny chlorovodíkové p.a. a 750 ml methanolu

### 2.2.11 Dělicí nálevka, 250 ml

### 2.2.12 Odměrná baňka, 50 ml

### 2.2.13 Odměrná baňka, 500 ml

### 2.2.14 Odměrná baňka, 1000 ml

- 2.2.15 Baňka s kulatým dnem, zabroušenou zátkou a zpětným chladičem, 250 ml; varné kuličky
- 2.2.16 pH metr
- 2.2.17 Fotometr pro měření při 650 nm, s kyvetami 1 až 5 cm
- 2.2.18 Jakostní filtrační papír
- 2.3 *Postup*

Vzorky pro analýzu se nesmějí odebírat přes vrstvu pěny.

Po důkladném vymytí vodou je nutno zařízení používané pro analýzu před použitím důkladně propláchnout roztokem kyseliny chlorovodíkové v methanolu (2.2.10) a pak deionizovanou vodou.

Vodu vstupující do zařízení pracujícího s aktivovaným kalem a odtokovou vodu, které budou zkoušeny, je nutno zfiltrvat ihned při odběru vzorků. Prvních 100 ml filtrátů se vylije.

Odměřený objem vzorku, v případě potřeby zneutralizovaný, se převede do dělicí nálevky (2.2.11) o objemu 250 ml. Objem vzorku by měl obsahovat 20 až 150 µg MBAS. Při nižším obsahu MBAS je možno použít až 100 ml vzorku. Použije-li se méně než 100 ml, zředí se vzorek na 100 ml deionizovanou vodou. Ke vzorku se přidá 10 ml tlumivého roztoku (2.2.1), 5 ml neutrálního roztoku methylenové modři (2.2.2) a 15 ml chloroformu (2.2.4). Směsí se třepe stejnoměrně a ne příliš prudce jednu minutu. Po oddělení fází se chloroformová vrstva převede do druhé dělicí nálevky obsahující 110 ml deionizované vody a 5 ml kyselého roztoku methylenové modři (2.2.3). Směsí se třepe 1 minutu. Chloroformová fáze se přefiltruje přes předem promytý vatový filtr navlhčený chloroformem do odměrné baňky (2.2.12).

Alkalický a kyselý roztok se třikrát extrahuje, přičemž pro druhou a třetí extrakci se použije 10 ml chloroformu. Spojené chloroformové extrakty se přefiltrují přes tentýž vatový filtr a doplní se v 50 ml baňce (2.2.12) po značku chloroformem použitým k promytí vaty. Měří se absorbance chloroformového roztoku fotometrem při 650 nm v jeden až pětacentimetrových kyvetách proti chloroformu. Pro celý postup se provádí slepé stanovení.

#### 2.4 *Kalibrační křivka*

Připraví se kalibrační roztok standardní látky methylesteru kyseliny dodecylbenzensulfonové (tetrapropylenový typ s mol. hmotností 340) po zmýdelnění na draselnou sůl. MBAS se počítá jako dodecylbenzensulfonan sodný (mol. hmotnost 348).

Z vážicí pipety se naváží 400 - 450 mg methylesteru kyseliny dodecylbenzensulfonové (2.2.5) s přesností na 0,1 mg do baňky s kulatým dnem a přidá se 50 ml ethanolového roztoku hydroxidu draselného (2.2.6) a

několik varných kuliček. Po nasazení zpětného chladiče se udržuje při varu jednu hodinu. Po zchlazení se chladič a zabroušený skleněný spoj promyjí asi 30 ml ethanolu, který se přidá k obsahu baňky. Roztok se ztitruje kyselinou sírovou na fenolftalein do ztráty zabarvení. Tento roztok se převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml (2.2.14), doplní se po značku deionizovanou vodou a promíchá se.

Část tohoto zásobního roztoku povrchově aktivní látky se dále zředí. Odebere se 25 ml, převede se do odměrné baňky o objemu 500 ml (2.2.13), doplní se po značku deionizovanou vodou a promíchá se.

Tento standardní roztok obsahuje

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

kde E je hmotnost vzorku v mg.

Pro sestavení kalibrační křivky se odeberou postupně dávky 1, 2, 4, 6 a 8 ml standardního roztoku a zředí se vždy na 100 ml deionizovanou vodou. Dále se pokračuje, jak je uvedeno v bodě 2.3, včetně slepého stanovení.

## 2.5 Výpočet výsledků

Množství aniontové povrchově aktivní látky (MBAS) ve vzorku se odečte z kalibrační křivky (2.4). Obsah MBAS ve vzorku je dán výrazem:

$$\frac{\text{mg MBAS} \times 1000}{V} = \text{MBAS mg/l}$$

kde V = použitý objem vzorku v ml.

Výsledky se vyjádří jako dodecylbenzensulfonan sodný (mol. hmotnost 348).

## 2.6 Vyjádření výsledků

Výsledky se vyjádří jako MBAS v mg/l zaokrouhlené na jedno desetinné místo.

# 3. Stanovení neiontových povrchově aktivních látek v roztocích při zkouškách biologické rozložitelnosti

## 3.1 Princip

Povrchově aktivní látky se zkoncentrují a izolují vypuzováním plynem. Množství neiontových povrchově aktivních látek v použitém vzorku by mělo být v rozmezí 250-800 µg.

Povrchově aktivní látka získaná vypuzením plynem se rozpustí v octanu ethylnatém.

Po oddělení fází a odpaření rozpouštědla se neiontová povrchově aktivní látka vysráží z vodného roztoku modifikovaným Dragendorffovým činidlem ( $\text{KBiI}_4 + \text{BaCl}_2 + \text{ledová kyselina octová}$ ).

Sraženina se zfiltruje, promyje ledovou kyselinou octovou a rozpustí v roztoku vínanu amonného. Bismut v roztoku se ztitruje potenciometricky roztokem pyrolidindithiokarbamátu při pH 4-5 s použitím hladké platinové indikační elektrody a kalomelové nebo stříbro/chloridostříbrné referenční elektrody. Metodu lze použít pro neiontové povrchově aktivní látky obsahující 6-30 alkylenoxidových skupin.

Spotřeba při titraci se pro přepočítání na referenční látku nonylfenol kondenzovaný s 10 moly ethylenoxidu (NP 10) vynásobí empirickým faktorem 54.

### 3.2 Činidla a vybavení

Pro přípravu činidel se používá deionizovaná voda.

3.2.1 Čistý octan ethylnatý, čerstvě předestilovaný.

3.2.2 Hydrogenuhličitan sodný,  $\text{NaHCO}_3$  p.a.

3.2.3 Zředěná kyselina chlorovodíková (20 ml koncentrované kyseliny (HCl) zředěné vodou na 1000 ml)

3.2.4 Methanol p.a., čerstvě předestilovaný, přechovávaný ve skleněné láhvi.

3.2.5 Bromkrezolová červeň, 0,1 g ve 100 ml methanolu.

3.2.6 Srážecí činidlo: srážecí činidlo je směs dvou objemů roztoku A a jednoho objemu roztoku B. Směs se přechovává v hnědé láhvi a lze ji použít do jednoho týdne po smíšení.

#### 3.2.6.1 Roztok A

1,7 g dusičnanu oxidu bismutu ( $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) p.a. se rozpustí ve 20 ml ledové kyseliny octové a doplní vodou na 100 ml. Dále se rozpustí 65 g jodidu draselného p.a. ve 200 ml vody. Tyto dva roztoky se smísí v odměrné baňce o objemu 1000 ml, přidá se 200 ml ledové kyseliny octové (3.2.7) a doplní se vodou na 1000 ml.

#### 3.2.6.2 Roztok B



290 g chloridu barnatého ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) p.a. se rozpustí v 1000 ml vody.

- 3.2.7. Ledová kyselina octová 99 – 100% (nižší koncentrace nejsou vhodné).
- 3.2.8 Roztok vlnanu amonného: 12,4 g kyseliny vinné p.a. a 12,4 ml roztoku amoniaku p.a. ( $d = 0,910 \text{ g/ml}$ ) se smísí a doplní vodou na 1000 ml (nebo se použije ekvivalentní množství vlnanu amonného p.a.).
- 3.2.9 Zředěný roztok amoniaku: 40 ml roztoku amoniaku p.a. ( $d = 0,910 \text{ g/ml}$ ) se zředí vodou na 1000 ml.
- 3.2.10 Standardní tlumivý octanový roztok: 40 g tuhého hydroxidu sodného p.a. se rozpustí v kádince v 500 ml vody a nechá se zchladnout. Přidá se 120 ml ledové kyseliny octové (3.2.7). Důkladně se promíchá, ochladí a převede do odměrné baňky o objemu 1000 ml. Doplní se vodou po značku.
- 3.2.11 Roztok pyrolidindithiokarbamátu (známý jako „karbátový roztok“): 103 mg pyrolidindithiokarbamátu sodného,  $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaS}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , se rozpustí v asi 500 ml vody, přidá se 10 ml n-amyalkoholu p.a. a 0,5 g  $\text{NaHCO}_3$  p.a. a doplní se vodou na 1000 ml.
- 3.2.12 Roztok síranu měďnatého (pro standardizaci roztoku 3.2.11).

#### ZÁSOBNÍ ROZTOK

1,249 g síranu měďnatého ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) p.a. se smísí s 50 ml 0,5 M roztoku kyseliny sírové a doplní vodou na 1000 ml.

#### STANDARDNÍ ROZTOK

50 ml zásobního roztoku se smísí s 10 ml 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a doplní vodou na 1000 ml.

- 3.2.13 Chlorid sodný p.a.
- 3.2.14 Přístroj pro vypuzování plynem (viz obrázek 5)  
Průměr fritového kotouče musí být stejný jako vnitřní průměr válce.
- 3.2.15 Dělicí nálevka, 250 ml.
- 3.2.16 Magnetické míchadlo s magnetem o velikosti 25-30 mm.
- 3.2.17 Goochův kelímek, průměr perforovaného dna = 25 mm, typ G 4.
- 3.2.18 Kruhové filtrační papíry o průměru 27 mm se skelným vláknem o průměru 0,5-1,5  $\mu\text{m}$ .
- 3.2.19 Dvě filtrační baňky s adaptéry a pryžovými manžetami, 500 a 250 ml.

3.2.20 Registrační potenciometr vybavený hladkou platinovou indikační elektrodou a kalomelovou nebo stříbro/chloridostříbrnou referenční elektrodou o rozsahu 250 mV, s automatickou byretou o objemu 20-25 ml nebo odpovídajícím zařízením s ruční obsluhou.

### 3.3 *Metoda*

#### 3.3.1 Koncentrace a separace povrchově aktivní látky

Vodný vzorek se zfiltruje přes jakostní filtrační papír. Prvních 100 ml filtrátu se vylije.

Odměřené množství vzorku, které obsahuje 250 – 800 µg neiontové povrchově aktivní látky, se převede do vypuzovacího přístroje, který byl předtím promyt octanem ethylnatým.

Pro zlepšení separace se přidá 100 g chloridu sodného a 5 g hydrogenuhličitanu sodného.

Je-li objem vzorku větší než 500 ml, přidají se tyto soli do vypuzovacího přístroje v tuhé formě a rozpustí se probubláním dusíkem nebo vzduchem.

Použije-li se vzorek o menším objemu, rozpustí se tyto soli ve 400 ml vody a pak se přidají do vypuzovacího přístroje.

Přidá se voda tak, aby hladina dosáhla k hornímu uzavíracímu kohoutu.

Na vodní hladinu se opatrně přilije 100 ml octanu ethylnatého.

Promývačka se v části určené pro plyn (dusík nebo vzduch) naplní do dvou třetin octanem ethylnatým.

Přístrojem se nechá procházet plyn průtokovou rychlostí 30-60 l/h; doporučuje se použití průtokoměru. Intenzita provzdušňování se musí na počátku zvyšovat postupně. Rychlost průtoku plynu je nutno nastavit tak, aby fáze zůstaly znatelně oddělené z důvodu minimalizace míšení fází a rozpouštění octanu ethylnatého ve vodě. Po pěti minutách se průtok plynu zastaví.

Dojde-li rozpuštěním ve vodě k úbytku organické fáze, který je větší než 20 %, je nutno postup opakovat a věnovat zvláštní pozornost rychlosti průtoku plynu.

Organická fáze se slije do dělicí nálevky. Případná voda v dělicí nálevce z vodné fáze, které by mělo být jen několik ml, se vrátí do vypuzovacího přístroje. Fáze octanu ethylnatého se zfiltruje přes suchý jakostní filtrační papír do kádinky o objemu 250 ml.

Do vypuzovacího přístroje se přidá dalších 100 ml octanu ethylnatého a znovu se nechá po dobu pěti minut probublávat dusík nebo vzduch. Poté se organická fáze přepraví do dělicí nálevky použité při prvním dělení, vodná

fáze se odstraní a organická fáze se zfiltruje přes tentýž filtr jako první díl octanu ethylnatého. Dělicí nálevka i filtr se propláchnou asi 20 ml octanu ethylnatého.

Ethylacetátový extrakt se na vodní lázni odpaří do sucha (v digestoři). Pro urychlení odpařování se na hladinu roztoku zavede jemný proud vzduchu.

### 3.3.2 Srážení a filtrace

Suchý odparek podle 3.3.1 se rozpustí v 5 ml methanolu, přidá se 40 ml vody a 0,5 ml zředěného roztoku HCl (3.2.3) a směs se promíchá magnetickým míchadlem.

K tomuto roztoku se z odměrného válce přidá 30 ml srážecího činidla (3.2.6). Sraženina se vytvoří po opakovaném míchání. Po 10 minutách míchání se směs nechá nejméně pět minut stát.

Směs se zfiltruje přes Goochův kelímek, na jehož dno se položí filtrační papír ze skelných vláken. Nejdříve se filtr promyje za odsávání asi 2 ml ledové kyseliny octové. Poté se pečlivě omyjí kádinka, magnet a kelímek ledovou kyselinou octovou, již je zapotřebí asi 40-50 ml. Sraženinu, která ulpěla na stěnách kádinky, není nutné převést kvantitativně na filtr, protože roztok sraženiny se pro titraci vrátí do srážecí kádinky a zbývající sraženina se pak rozpustí.

### 3.3.3 Rozpuštění sraženiny

Sraženina ve filtračním kelímku se rozpustí v horkém roztoku vínanu amonného (asi 80 °C) (3.2.8), který se přidává ve třech dávkách po 10 ml. Každá dávka se před odsátím filtrem do baňky nechá několik minut stát v kelímku.

Obsah filtrační baňky se převede do kádinky použité ke srážení. Stěny kádinky se opláchnou dalšími 20 ml roztoku vínanu, aby se rozpustil zbytek sraženiny.

Kelímek, adaptér a filtrační baňka se pečlivě opláchnou 150-200 ml vody a tato voda se vrátí do kádinky použité pro srážení.

### 3.3.4 Titrace

Roztok se promíchá magnetickým míchadlem (3.2.16), přidá se několik kapek bromkrezolové červení (3.2.5) a přidává se zředěný roztok amoniaku (3.2.9), až se zbarvení změní na fialové (roztok je na začátku mírně kyselý přítomností zbytku kyseliny octové použité k promytí).

Pak se přidá 10 ml standardního tlumivého octanového roztoku (3.2.10), do roztoku se zavedou elektrody a potenciometricky se titruje standardním „karbátovým roztokem“ (3.2.11), přičemž ústí byrety je ponořeno do roztoku.

Rychlost titrace nesmí přesáhnout 2 ml/min.

Bod ekvivalence je průsečíkem tečen obou větví křivky potenciálu.

Někdy se pozoruje plochý průběh inflexe křivky potenciálu; tomu je možno se vyhnout pečlivým očištěním platinové elektrody (vyleštěním smirkovým papírem).

### 3.3.5 Slepá stanovení

Souběžně s celým postupem se provádí slepé stanovení s 5 ml metanolu a 40 ml vody podle návodu uvedeného v bodě 3.3.2. Spotřeba při slepé titraci musí být nižší než 1 ml, jinak je podezření na nedostatečnou čistotu činidel (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10), zejména na jejich obsah těžkých kovů, a je nutno je vyměnit. Slepé stanovení je nutno vzít v úvahu při výpočtu výsledků.

### 3.3.6 Kontrola faktoru „karbátového roztoku“

Faktor karbátového roztoku se stanoví v den použití. Za tímto účelem se po přidání 100 ml vody a 10 ml standardního octanového tlumivého roztoku (3.2.10) ztitruje 10 ml roztoku síranu měďnatého (3.2.12) „karbátovým roztokem“. Pokud je spotřeba „a“ ml, je faktor f:

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

a všechny výsledky titrací se násobí tímto faktorem.

## 3.4 Výpočet výsledků

Každá neiontová povrchově aktivní látka má svůj vlastní faktor, který je závislý na jejím složení, zejména na délce alkenoxidového řetězce. Koncentrace neiontové povrchově aktivní látky se vyjadřuje ve vztahu ke standardní látce – nonylfenolu s 10 ethylenoxidovými jednotkami (NP 10) – pro kterou je přepočítávací faktor 0,054.

S použitím tohoto faktoru se zjistí množství povrchově aktivní látky přítomné ve vzorku, vyjádřené v mg ekvivalentu NP 10, takto:

$$(b - c) \times f \times 0,054 = \text{mg neiontové povrchově aktivní látky jako NP 10,}$$

kde

$b$  = objem „karbátového roztoku“ spotřebovaného u vzorku (ml),

$c$  = objem „karbátového roztoku“ spotřebovaného při slepém stanovení (ml),

$f$  = faktor „karbátového roztoku“.

## 3.5 Vyjádření výsledků

Výsledky se vyjádří v mg/l jako NP 10 zaokrouhlené na jedno desetinné místo.

#### 4. **Předběžná úprava zkoušených aniontových povrchově aktivních látek**

##### 4.1 *Úvodní poznámky*

##### 4.1.1 Úprava vzorků

Úprava aniontových povrchově aktivních látek a formulovaných detergentů před stanovením primární biologické rozložitelnosti v potvrzující zkoušce je tato:

Výrobky	Úprava
Aniontové povrchově aktivní látky	Žádná
Formulované detergenty	Extrakce alkoholem, po níž následuje separace aniontových povrchově aktivních látek na iontoměniči

Účelem extrakce alkoholem je odstranit z komerčního výrobku nerozpustné a anorganické složky, které by za určitých podmínek mohly narušit zkoušku biologické rozložitelnosti.

##### 4.1.2 Separace na iontoměniči

Pro správné provedení zkoušek biologické rozložitelnosti se vyžaduje izolace a separace aniontových povrchově aktivních látek z mýdla, neiontových a kationtových povrchově aktivních látek.

Toho se dosáhne pomocí iontoměniče typu makroporézní iontoměničové pryskyřice a vhodných elučních činidel pro frakční eluci. Takto lze jedním postupem izolovat mýdlo, aniontové a neiontové povrchově aktivní látky.

##### 4.1.3 Analytická kontrola

Po homogenizaci se stanoví koncentrace aniontových povrchově aktivních látek v syntetickém detergentu analytickým postupem pomocí MBAS. Obsah mýdla se stanoví vhodnou analytickou metodou.

Tato analýza výrobků je nezbytná pro výpočet množství potřebných k přípravě frakcí pro zkoušku biologické rozložitelnosti.

Kvantitativní extrakce není nutná; mělo by se však vyextrahovat nejméně 80 % aniontových povrchově aktivních látek. Obvykle se dosahuje 90 % nebo více.

##### 4.2 *Princip*

Z homogenního vzorku (prášky, vysušené pasty a odparky) se získá ethanolový extrakt, který obsahuje povrchově aktivní látky, mýdlo a další složky vzorku syntetického detergentu rozpustné v alkoholu.

Ethanolový extrakt se odpaří na suchý zbytek, rozpustí ve směsi isopropanol/voda a získaný roztok se vede přes kombinaci silně kyselého katexu a makroporézního anexu zahřátou na 50 °C. Tato teplota je nezbytná k tomu, aby se zabránilo vysrážení případných mastných kyselin, které mohou být přítomny v kyselém prostředí.

Veškeré neiontové povrchově aktivní látky zůstanou v odtokové vodě.

Mastné kyseliny z mýdla se oddělí extrakcí ethanolem obsahujícím CO<sub>2</sub>. Aniontové povrchově aktivní látky se získají jako amonné soli elucí vodným isopropanolovým roztokem hydrogenuhličitanu amonného. Tyto amonné soli se používají pro zkoušku rozložitelnosti.

Kationtové povrchově aktivní látky, které by mohly rušit zkoušku biologické rozložitelnosti a analytický postup, se odstraní katexem zařazeným před anexem.

#### 4.3 *Chemikálie a vybavení*

##### 4.3.1 Deionizovaná voda

4.3.2 Ethanol, 95 % obj. C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (povolené denaturační prostředky: methylethylketon nebo methanol)

4.3.3 Směs isopropanol/voda (50/50 obj.):

- 50 obj. dílů isopropanolu, (CH<sub>3</sub>CHOHCH<sub>3</sub>), a
- 50 obj. dílů vody (4.3.1)

4.3.4 Roztok oxidu uhličitého v ethanolu (přibližně 0,1 % CO<sub>2</sub>): oxid uhličitý (CO<sub>2</sub>) se nechá probublávat ethanolem (4.3.2) pomocí přívodní trubičky se zabudovaným sintrem po dobu 10 minut. Je třeba používat pouze čerstvé roztoky.

4.3.5 Roztok hydrogenuhličitanu amonného (60/40 obj.): 0,3 molu NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> v 1000 ml směsi isopropanol/voda tvořené 60 obj. díly isopropanolu a 40 obj. díly vody (4.3.1)

4.3.6 Katex (KAT), silně kyselý, rezistentní vůči alkoholu (50-100 mesh)

4.3.7 Anex (AAT), makroporézní, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) nebo ekvivalentní

4.3.8 Kyselina chlorovodíková, 10% HCl (hmot.)

- 4.3.9 Baňka s kulatým dnem o objemu 2000 ml se zabroušenou zátkou a zpětným chladičem
- 4.3.10 Vakuový filtr (ohřívateľný) na filtrační papíry, o průměru 90 mm
- 4.3.11 Filtrační baňka o objemu 2000 ml
- 4.3.12 Ionexové kolony s ohřívacím pláštěm a kohoutkem: vnitřní trubice o průměru 60 mm a výšce 450 mm (viz obrázek 4)
- 4.3.13 Vodní lázeň
- 4.3.14 Vakuová sušárna
- 4.3.15 Termostat
- 4.3.16 Rotační odparka
- 4.4 *Příprava extraktu a separace aniontových aktivních činidel*
- 4.4.1 Příprava extraktu

Množství povrchově aktivních látek potřebných pro zkoušku biologické rozložitelnosti odpovídá asi 50 g MBAS.

Množství výrobku, které je třeba extrahovat, obvykle nepřesáhne 1000 g, ale může být nutné extrahovat další množství vzorku. Z praktických důvodů by ve většině případů mělo být množství výrobku použitého pro přípravu extraktů pro zkoušku biologické rozložitelnosti omezeno na 5000 g.

Zkušenost ukázala, že je výhodnější používat větší počet malých extrakcí než jednu velkou extrakci. Specifikovaná množství ionexů odpovídají pracovní kapacitě 600-700 mmolů povrchově aktivních látek a mýdla.

- 4.4.2 Izolace složek rozpustných v alkoholu

250 g analyzovaného syntetického detergentu se přidá k 1250 ml ethanolu, směs se zahřeje k bodu varu a zahřívá se za míchání pod zpětným chladičem po dobu 1 hodiny. Horký alkoholový roztok se odsává přes hrubě pórovitý vakuový filtr zahřátý na 50 °C a rychle se zfiltruje. Baňka a vakuový filtr se promyjí přibližně 200 ml horkého ethanolu. Filtrát a ethanol z promytí filtru se shromáždí ve filtrační baňce.

V případě analýz past nebo kapalných výrobků je třeba se přesvědčit, že ve vzorku není obsaženo více než 55 g aniontové povrchově aktivní látky a 35 g mýdla. Tento odvážený vzorek se odpaří do sucha. Zbytek se rozpustí v 2000 ml ethanolu a postupuje se výše popsaným způsobem. V případě prášků o nízké sytné hustotě (<300 g/l) se doporučuje zvýšit podíl ethanolu v poměru 20:1. Ethanolový filtrát se odpaří na suchý zbytek, nejlépe v rotační odparce. Je-li třeba většího množství extraktu, postup se opakuje. Zbytek se rozpustí v 5000 ml směsi isopropanol/voda.

#### 4.4.3 Příprava ionexových kolon

##### KATEXOVÁ KOLONA

600 ml katexové pryskyřice (4.3.6) se nasype do kádinky o objemu 3000 ml a přelije se 2000 ml kyseliny chlorovodíkové (4.3.8). Nechá se stát nejméně dvě hodiny za občasného promíchání.

Kyselina se slije a pryskyřice se převede pomocí deionizované vody do kolony (4.3.12). V koloně musí být zátka ze skelné vaty.

Kolona se promývá deionizovanou vodou rychlostí 10-30 ml/min, až je eluát prostý chloridů.

Voda se vytěsňuje 2000 ml směsí isopropanol/voda (4.3.3) rychlostí 10 – 30 ml/min. Tím je ionexová kolona připravena k provozu.

##### ANEXOVÁ KOLONA

600 ml anexové pryskyřice (4.3.7) se nasype do kádinky o objemu 3000 ml a přelije se 2000 ml deionizované vody.

Pryskyřice se nechá nejméně dvě hodiny bobtnat.

Pryskyřice se převede pomocí deionizované vody do kolony. V koloně musí být zátka ze skelné vaty.

Kolona se promývá 0,3 M roztokem hydrogenuhličitanu amonného (4.3.5), až je prostá chloridů. K tomu je zapotřebí asi 5000 ml roztoku. Znovu se promyje 2000 ml deionizované vody. Voda se vytěsňuje 2000 ml směsí isopropanol/voda (4.3.3) rychlostí 10 – 30 ml/min. Tím je ionexová kolona ve formě OH a připravena k provozu.

#### 4.4.4 Ionexová separace

Ionexové kolony se spojí tak, aby katexová kolona byla umístěna před anexovou kolonou.

Ionexové kolony se zahřejí na 50 °C s použitím termostatické kontroly.

5000 ml roztoku získaného podle bodu 4.4.2 se zahřeje na 60 °C a vede se přes kombinaci kolon rychlostí 20 ml/min. Kolony se promyjí 1000 ml horké směsí isopropanol/voda (4.3.3).

Pro získání aniontových povrchově aktivních látek (MBAS) se kolona KAT odpojí. Mastné kyseliny z mýdla se eluují z kolony KAT pomocí 5000 ml roztoku ethanol/CO<sub>2</sub> při 50 °C (4.3.4). Eluát se vylije.

Poté se MBAS eluují z kolony AAT pomocí 5000 ml roztoku hydrogenuhličitanu amonného (4.3.5). Eluát se odpaří do sucha na vodní lázni nebo v rotační odparce.



Zbytek obsahuje MBAS (jako amonnou sůl) a případné povrchově neaktivní aniontové látky, které nemají nežádoucí vliv na zkoušku biologické rozložitelnosti. Ke zbytku se přidává deionizovaná voda, dokud se nezíská určený objem, a v alikvotní části se stanoví obsah MBAS. Roztok se použije jako standardní roztok aniontových syntetických detergentů pro zkoušku biologické rozložitelnosti. Roztok je nutno přechovávat při teplotě nižší než 5 °C.

#### 4.4.5 Regenerace ionexových pryskyřic

Katex se po použití odstraní.

Anexová pryskyřice se regeneruje promýváním kolony dalším množstvím roztoku hydrogenuhličitanu amonného (4.3.5) rychlostí přibližně 10 ml/min, až je eluát prostý aniontové povrchově aktivní látky (zkouška s methylenovou modří).

Poté se anex promyje 2000 ml směsí isopropanol/voda (4.3.3). Anex je opět připraven k provozu.

### 5. **Předběžná úprava zkoušených neiontových povrchově aktivních látek**

#### 5.1 *Úvodní poznámky*

##### 5.1.1 Úprava vzorků

Úprava neiontových povrchově aktivních látek a formulovaných detergentů před stanovením primární biologické rozložitelnosti v potvrzující zkoušce je tato:

Výrobky	Úprava
Neiontové povrchově aktivní látky	Žádná
Formulované detergenty	Extrakce alkoholem, po níž následuje separace neiontových povrchově aktivních látek na iontoměniči

Účelem extrakce alkoholem je odstranit z komerčního výrobku nerozpustné a anorganické složky, které by za určitých okolností mohly narušit zkoušky biologické rozložitelnosti.

##### 5.1.2 Separace na iontoměniči

Pro správné provedení zkoušek biologické rozložitelnosti se vyžaduje izolace a separace neiontových povrchově aktivních látek z mýdla, aniontových a kationtových povrchově aktivních látek.

Toho se dosáhne pomocí iontoměniče typu makroporézní iontoměničové pryskyřice a vhodných elučních činidel pro frakční eluci. Takto lze jedním postupem izolovat mýdlo, aniontové a neiontové povrchově aktivní látky.

### 5.1.3 Analytická kontrola

Po homogenizaci se stanoví koncentrace aniontových a neiontových povrchově aktivních látek v detergentu analytickým postupem pomocí MBAS a BiAS. Obsah mýdla se stanoví vhodnou analytickou metodou.

Tato analýza výrobku je nezbytná pro výpočet množství potřebných k přípravě frakcí pro zkoušky biologické rozložitelnosti.

Kvantitativní extrakce není nutná; mělo by se však vyextrahovat nejméně 80 % neiontových povrchově aktivních látek. Obvykle se dosahuje 90 % a více.

## 5.2 *Princip*

Z homogenního vzorku (prášky, vysušené pasty a odparky) se získá ethanolový extrakt, který obsahuje povrchově aktivní látky, mýdlo a další složky vzorku detergentu rozpustné v alkoholu.

Ethanolový extrakt se odpaří na suchý zbytek, rozpustí se ve směsi isopropanol/voda a získaný roztok se vede přes kombinaci silně kyselého katexu a makroporézního anexu zahřátou na 50 °C. Tato teplota je nutná k tomu, aby se zabránilo vysrážení případných mastných kyselin, které mohou být přítomny v kyselém prostředí. Neiontové povrchově aktivní látky se získají z odtokové vody odpařením.

Kationtové povrchově aktivní látky, které by mohly rušit zkoušku rozložitelnosti a analytický postup, se odstraní katexem zařazeným před anexem.

## 5.3 *Chemikálie a vybavení*

### 5.3.1 Deionizovaná voda

5.3.2 Ethanol, 95 % obj.  $C_2H_5OH$  (povolené denaturační prostředky: methylethylketon nebo methanol)

5.3.3 Směs isopropanol/voda (50/50 obj.):

- 50 obj. dílů isopropanolu  $CH_3CHOHCH_3$  a
- 50 obj. dílů vody (5.3.1.)

5.3.4 Roztok hydrogenuhličitanu amonného (60/40 obj.):

0,3 molu  $NH_4HCO_3$  v 1000 ml směsi isopropanol/voda tvořené 60 obj. díly isopropanolu a 40 obj. díly vody (5.3.1)

- 5.3.5 Katex (KAT), silně kyselý, rezistentní vůči alkoholu (50-100 mesh)
- 5.3.6 Anex (AAT), makroporézní, Merck Lewatit MP 7080 (70-150 mesh) nebo ekvivalentní
- 5.3.7 Kyselina chlorovodíková, 10% HCl (hmot.)
- 5.3.8 Baňka s kulatým dnem o objemu 2000 ml se zabroušenou zátkou a zpětným chladičem
- 5.3.9 Vakuový filtr (ohřívateľný) na filtrační papíry, o průměru 90 mm
- 5.3.10 Filtrační baňka o objemu 2000 ml
- 5.3.11 Ionexové kolony s ohřívacím pláštěm a kohoutkem: vnitřní trubice o průměru 60 mm a výšce 450 mm (viz obrázek 4)
- 5.3.12 Vodní lázeň
- 5.3.13 Vakuová sušárna
- 5.3.14 Termostat
- 5.3.15 Rotační odparka

#### 5.4 *Příprava extraktu a separace neiontových aktivních činidel*

##### 5.4.1 Příprava extraktu

Množství povrchově aktivní látky potřebné pro zkoušku rozložitelnosti odpovídá asi 25 g BiAS.

Při přípravě extraktů pro zkoušky rozložitelnosti je zapotřebí omezit použité množství výrobku na nejvýše 2000 g. Za účelem získání dostatečného množství materiálu pro zkoušky rozložitelnosti může být nezbytné provést postup dvakrát nebo vícekrát.

Zkušenost ukázala, že je výhodnější používat větší počet malých extrakcí než jednu velkou extrakci.

##### 5.4.2 Izolace složek rozpustných v alkoholu

250 g analyzovaného syntetického detergentu se přidá ke 1250 ml etanolu, směs se zahřeje k bodu varu a zahřívá se za míchání pod zpětným chladičem po dobu 1 hodiny. Horký alkoholový roztok se odsává přes hrubě pórovitý vakuový filtr zahřátý na 50 °C a rychle se zfiltruje. Baňka a vakuový filtr se promyjí přibližně 200 ml horkého ethanolu. Filtrát a ethanol z promytí filtru se shromáždí ve filtrační baňce.

V případě analýz past nebo kapalných výrobků je zapotřebí se přesvědčit, že ve vzorku není obsaženo více než 25 g aniontové povrchově aktivní látky a

35 g mýdla. Tento odvážený vzorek se odpaří do sucha. Odparek se rozpustí v 500 ml ethanolu a postupuje se výše popsáním způsobem.

V případě prášků o nízké sytné hustotě (< 300 g/l) se doporučuje zvýšit podíl ethanolu v poměru 20:1.

Ethanolový filtrát se odpaří do sucha, nejlépe v rotační odparce. Je-li třeba větší množství extraktu, postup se opakuje. Odparek se rozpustí v 5000 ml směsi isopropanol/voda.

#### 5.4.3 Příprava ionexových kolon

##### KATEXOVÁ KOLONA

600 ml katexové pryskyřice (5.3.5) se nasype do kádinky o objemu 3000 ml a přelije se 2000 ml kyseliny chlorovodíkové (5.3.7). Nechá se stát nejméně dvě hodiny za občasného promíchání.

Kyselina se slije a pomocí deionizované vody se pryskyřice převede do kolony (5.3.11). V koloně musí být zátka ze skelné vaty. Kolona se promývá deionizovanou vodou rychlostí 10 - 30 ml/min, až je eluát prostý chloridů.

Voda se vytěsňuje 2000 ml směsi isopropanol/voda (5.3.3) rychlostí 10-30 ml/min. Tím je ionexová kolona připravena k provozu.

##### ANEXOVÁ KOLONA

600 ml anexové pryskyřice (5.3.6) se nasype do kádinky a přelije se 2000 ml deionizované vody. Pryskyřice se nechá nejméně dvě hodiny bobtnat. Pryskyřice se převede pomocí deionizované vody do kolony. V koloně musí být zátka ze skelné vaty.

Kolona se promývá 0,3 M roztokem hydrogenuhličitanu amonného (5.3.4), až je prostá chloridů. K tomu je zapotřebí asi 5000 ml roztoku. Znovu se promyje 2000 ml deionizované vody.

Voda se vytěsňuje 2000 ml směsi isopropanol/voda (5.3.3) rychlostí 10-30 ml/min. Tím je ionexová kolona ve formě OH a připravena k provozu.

#### 5.4.4 Ionexová separace

Ionexové kolony se spojí tak, aby katexová kolona byla umístěna před anexovou kolonou. Ionexové kolony se zahřejí na 50 °C s použitím termostatické kontroly. 5000 ml roztoku získaného podle bodu 5.4.2, se zahřeje na 60 °C a vede se přes kombinaci kolon rychlostí 20 ml/min. Kolony se promyjí 1000 ml horké směsi isopropanol/voda (5.3.3).

Pro získání neiontových povrchově aktivních látek se spojí filtrát a roztoky z promývání filtru a odpaří se do sucha, nejlépe v rotační odparce. Odparek obsahuje BiAS. Přidává se deionizovaná voda, dokud se nezíská určený objem, a v alikvotní části se stanoví obsah BiAS. Roztok se použije jako

standardní roztok neiontových povrchově aktivních látek pro zkoušku rozložitelnosti. Roztok je nutno přechovávat při teplotě nižší než 5 °C.

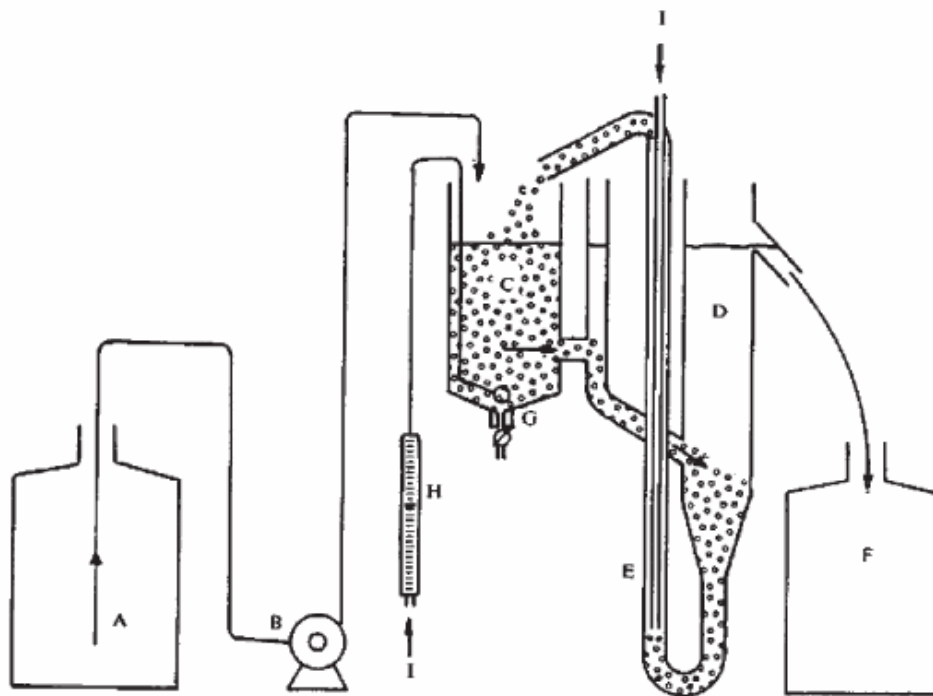
#### 5.4.5 Regenerace ionexových pryskyřic

Katex se po použití odstraní.

Anexová pryskyřice se regeneruje promýváním kolony asi 5000-6000 ml roztoku hydrogenuhličitanu amonného (5.3.4) průtokovou rychlostí přibližně 10 ml/min, až je eluát prostý aniontových povrchově aktivních látek (zkouška s methylenovou modří). Poté se anex promyje 2000 ml směsí isopropanol/voda (5.3.3). Anex je opět připraven k provozu.

Obrázek 1

Zařízení pracující s aktivovaným kalem: celkové schéma

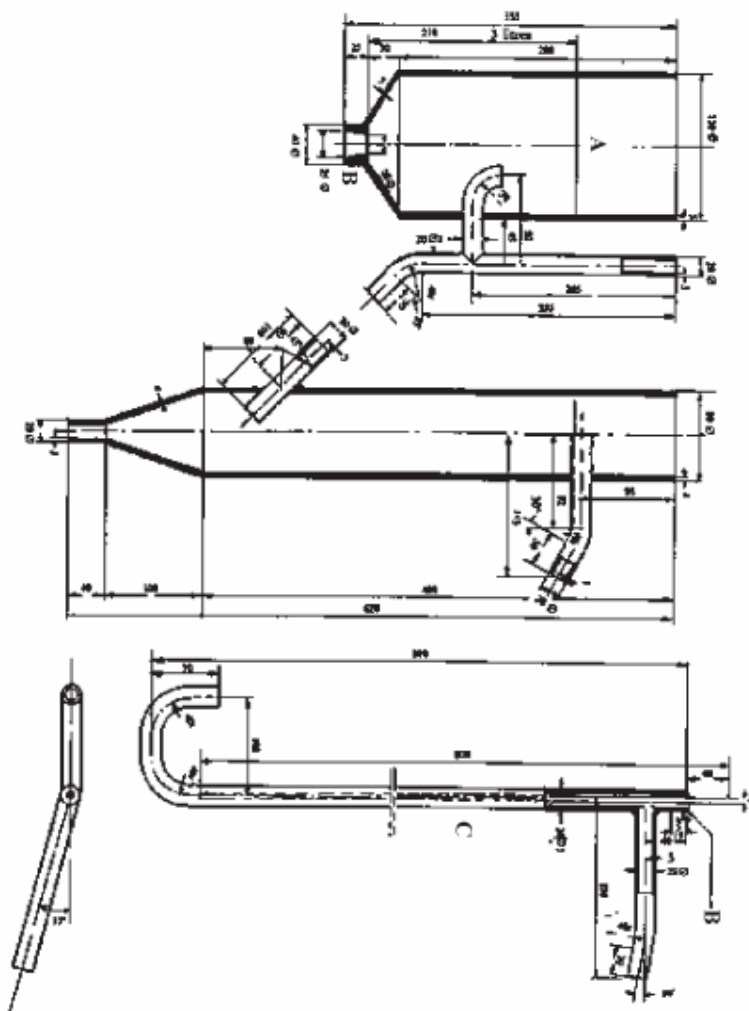


- A Zásobní nádoba
- B Dávkovací zařízení
- C Pro vzdušňovací nádoba (objem tři litry)
- D Usazovací nádoba
- E Mamutka
- F Sběrná nádoba
- G Sintrovaný provzdušňovač
- H Průtokoměr vzduchu
- I Přívod vzduchu

Obrázek 2

Zařízení pracující s aktivovaným kalem: detailně

(Rozměry v milimetrech)



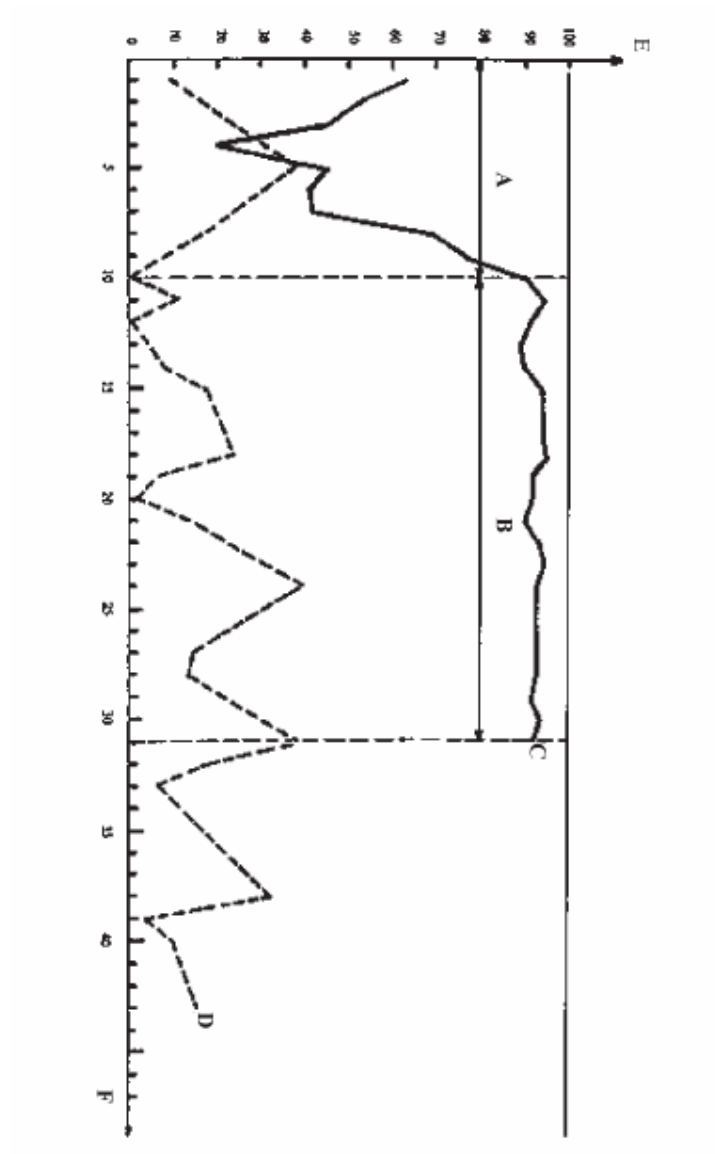
A Hladina kapaliny

B Tvrký PVC

C Sklo nebo plast odolný vodě (tvrdý PVC)

Obrázek 3

Výpočet biologické rozložitelnosti – Potvrzující zkouška



A Záběhová doba

B Doba použitá pro výpočet (21 dní)

C Snadno biologicky rozložitelná povrchově aktivní látka

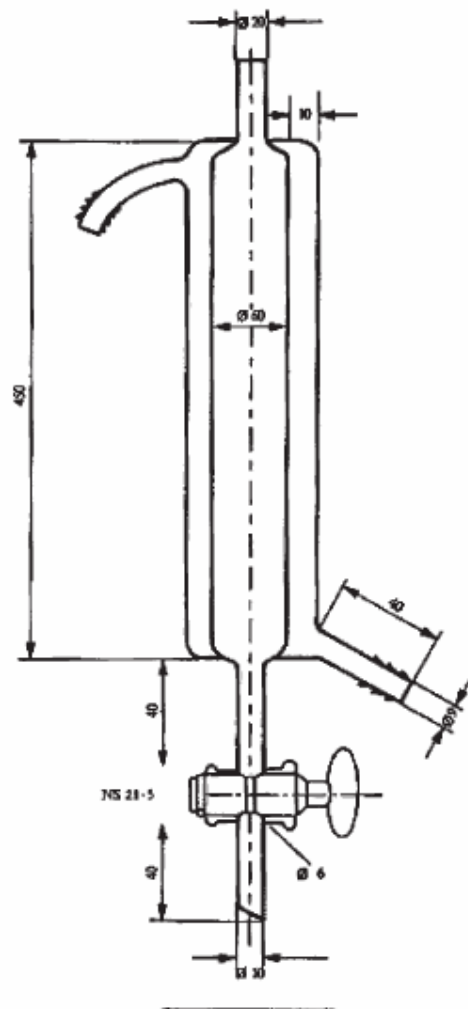
D Obtížně biologicky rozložitelná povrchově aktivní látka

E Biologický rozklad (%)

F Doba (dny)



Obrázek 4  
Vyhřívaná ionexová kolona  
(Rozměry v milimetrech)



Obrázek 5

Zařízení pro vypuzování plynem

(Rozměry v milimetrech)

