



Euroopan unionin
neuvosto

Bryssel, 2. toukokuuta 2023
(OR. en)

Toimielinten välinen asia:
2023/0124(COD)

8904/23
ADD 1

MI 357
ENT 89
ENV 440
CHIMIE 39
IND 210
CONSOM 153
SAN 227
IA 92
CODEC 762

SAATE

Lähettäjä:	Euroopan komission pääsihteeri, allekirjoittajana johtaja Martine DEPREZ
Saapunut:	28. huhtikuuta 2023
Vastaanottaja:	Thérèse BLANCHET, Euroopan unionin neuvoston pääsihteeri
Kom:n asiak. nro:	COM(2023) 217 final
Asia:	LIITTEET asiakirjaan Ehdotus Euroopan parlamentin ja neuvoston asetukseksi pesuaineista ja pinta-aktiivisista aineista, asetuksen (EU) 2019/1020 muuttamisesta ja asetuksen (EY) N:o 648/2004 kumoamisesta

Valtuuskunnille toimitetaan oheisena asiakirja COM(2023) 217 final.

Liite: COM(2023) 217 final



EUROOPAN
KOMISSIO

Bryssel 28.4.2023
COM(2023) 217 final

ANNEXES 1 to 8

LIITTEET

asiakirjaan

**Ehdotus Euroopan parlamentin ja neuvoston asetukseksi
pesuaineista ja pinta-aktiivisista aineista, asetuksen (EU) 2019/1020 muuttamisesta ja
asetuksen (EY) N:o 648/2004 kumoamisesta**

{SEC(2023) 170 final} - {SWD(2023) 113 final} - {SWD(2023) 114 final} -
{SWD(2023) 115 final}

LIITE I

4 ARTIKLASSA TARKOITETUT BIOHAJOAVUUSVAATIMUKSET

PINTA-AKTIIVISIIN AINEISIIN JA PESUAINENIDEN SISÄLTÄMIIN PINTA-AKTIIVISIIN AINEISIIN SOVELLETTAVAT LOPULLISEN BIOHAJOAVUUDEN TESTAUSMENETELMÄT

1. Tässä asetuksessa tarkoitettu pinta-aktiivisten aineiden lopullista biohajoavuutta koskeva vertailumenetelmä perustuu standardiin EN ISO 14593:1999 (CO₂ headspace -testi).
2. Pinta-aktiivisten aineiden ja pesuaineisiin sisältyvien pinta-aktiivisten aineiden on oltava 3 kohdassa vahvistettujen kriteerien mukaisesti määritettynä lopullisesti biohajoavia.
3. Pinta-aktiiviset aineet ja pesuaineiden sisältämät pinta-aktiiviset aineet katsotaan lopullisesti biohajoaviksi, jos ne täyttävät jonkin seuraavista kriteereistä:
 - a) biohajoavuus (mineralisaatio) on vähintään 60 prosenttia 28 päivän aikana mitattuna jollakin seuraavista menetelmistä:
 - i) Standardi EN ISO 14593:1999. Water quality – Evaluation of ultimate aerobic biodegradability of organic compounds in aqueous medium – Method by analysis of inorganic carbon in sealed vessels (CO₂ headspace test).
 - ii) Komission asetuksen (EY) N:o 440/2008¹ liitteessä olevan C osan IV osassa esitetty menetelmä C.4-C Hiilidioksidin (CO₂) muodostus (muunneltu Sturm-testi)
 - iii) asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevan C osan V osassa esitetty menetelmä C.4-D Manometrinen respiometriakoe
 - iv) asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevan C osan VI osassa esitetty menetelmä C.4-E Suljettu pullo
 - v) asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevan C osan VII osassa esitetty menetelmä C.4-F (MITI-koe)
 - vi) Standardi ISO 10708:1997 Water quality – Evaluation in an aqueous medium of the ultimate aerobic biodegradability of organic compounds – Determination of biochemical oxygen demand in a two-phase closed bottle test.
 - b) biohajoavuus (mineralisaatio) on vähintään 70 prosenttia 28 päivän aikana mitattuna jollakin seuraavista menetelmistä:
 - i) asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevan C osan II osassa esitetty menetelmä C.4-A DOC die-away-koe

¹ Komission asetus (EY) N:o 440/2008, annettu 30 päivänä toukokuuta 2008, testimenetelmien vahvistamisesta kemikaalien rekisteröinnistä, arvioinnista, lupamenettelyistä ja rajoituksista (REACH) annetun Euroopan parlamentin ja neuvoston asetuksen (EY) N:o 1907/2006 nojalla (EUVL L 142, 31.5.2008, s. 1).

- ii) asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevan C osan III osassa esitetty menetelmä C.4-B Muunneltu OECD-seulontakoe.

Missään a ja b alakohdassa tarkoitettussa testimenetelmässä ei saa käyttää esialtistusta eikä soveltaa kymmenen vuorokauden mittausajan periaatetta.

- 4. Edellä 3 kohdassa tarkoitettut testit on tehtävä laboratorioissa, jotka täyttävät jonkin seuraavista ehdoista:
 - a) laboratoriot noudattavat Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivissä 2004/10/EY² säädettyjä hyvän laboratoriokäytännön periaatteita tai vastaaviksi tunnustettuja kansainvälisiä standardeja
 - b) laboratoriot on akkreditoitu asetuksessa (EY) N:o 765/2008 tarkoitettun laboratorioita koskevan standardin mukaisesti.

² Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivi 2004/10/EY, annettu 11 päivänä helmikuuta 2004, hyvän laboratoriokäytännön periaatteiden noudattamista kemiallisten aineiden kokeissa ja periaatteiden noudattamisen todentamista koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä (EUVL L 50, 20.2.2004, s. 44).

LIITE II

5 ARTIKLASSA TARKOITETTUIHIN MIKRO-ORGANISMEJA SISÄLTÄVIIN PESUAINEISIIN SOVELLETTAVAT VAATIMUKSET

1. Pesuaineisiin tarkoituksellisesti lisättyjen mikro-organismien on täytettävä seuraavat ehdot:
 - a) Niillä on oltava ATCC-numero (American Type Culture Collection), niiden on kuuluttava kansainvälisesti tunnustettuun kantakokoelmaan (IDA) tai niillä on oltava kannan tunnistuskäytännön (16S-ribosomaalisen DNA-sekvensoinnin tai vastaavan menetelmän) avulla tunnistettu DNA.
 - b) Niiden on kuuluttava kumpaankin seuraavista:
 - i) altistumisesta biologisille tekijöille työssä annetussa direktiivissä 2000/54/EY määritelty riskiryhmä I
 - ii) Euroopan elintarviketurvallisuusviranomaisen (EFSA) julkaisema tunnustetun turvallisuusolehtaman luettelo (QPS).

Tätä kohtaa ei sovelleta mikro-organismeihin, jotka on tarkoituksellisesti lisätty markkinoille tutkimus- ja kehitystarkoituksia varten saatettuihin pesuaineisiin.
2. Lopputuotteen yhdessäkään kannassa ei saa olla seuraavia patogeenisia mikro-organismeja, kun ne on testattu käyttäen ilmoitettuja tai vastaavia testimenetelmiä:
 - a) *E. coli*, testimenetelmä ISO 16649-3:2005
 - b) *Streptococcus (Enterococcus)*, testimenetelmä ISO 21528-1:2004
 - c) *Staphylococcus aureus*, testimenetelmä ISO 6888-1
 - d) *Bacillus cereus*, testimenetelmä ISO 7932:2004 tai ISO 21871
 - e) *Salmonella*, testimenetelmä ISO 6579:2002 tai ISO 19250
3. Tarkoituksellisesti lisätyt mikro-organismit eivät saa olla muuntogeenisiä mikro-organismeja.
4. Kaikkien tarkoituksellisesti lisättyjen mikro-organismien on oltava luontaista resistenssiä lukuun ottamatta herkkiä antibioottien kaikille viidelle pääluokalle (aminoglykosidi, makrolidi, beetalaktaami, tetrasykliini ja fluorokinoloni) mikrobilääkeherkkyyttä käsittelevän eurooppalaisen komitean (EUCAST) kiekkoherkkyyksmenetelmän tai vastaavan menetelmän mukaisesti.
5. Mikro-organismeja sisältävillä pesuaineilla on markkinoille saatettuina oltava pesäkemäärä, joka on vähintään 1×10^5 pesäkkeen muodostavaa yksikköä (CFU)/ml standardin ISO 4833-1:2014 mukaisesti.
6. Mikro-organismeja sisältävän pesuaineen säilyvyysajan on oltava vähintään 24 kuukautta, eikä mikro-organismien määrä saa laskea yli 10 prosenttia kutakin 12 kuukautta kohden standardin ISO 4833-1:2014 mukaisesti.
7. Suihkeena markkinoille saatettavien pesuaineiden sisältämien mikro-organismien on läpäistävä välitöntä hengitysmyrkyllisyyttä koskeva testi, joka tehdään asetuksen (EY) N:o 440/2008 liitteessä olevassa B osassa esitetyllä testimenetelmällä B.2.
8. Mikro-organismeja sisältäviä pesuaineita ei saa saattaa markkinoille täyttöpakkaukseen myytävänä.

9. Kaikki valmistajan väitteet tuotteen sisältämien mikro-organismien vaikutuksista on perusteltava kolmannen osapuolen tekemän testauksen avulla.
10. Tuoteselosteessa tai muissa tuote-esitteissä ei saa väittää tai antaa ymmärtää, että pesuaineella on mikrobeja tuhoava tai desinfioiva vaikutus, ellei pesuaine ole asetuksen (EU) N:o 528/2012 vaatimusten mukainen.
11. Edellä 2, 5, 6, 7 ja 9 kohdassa tarkoitetut testit on tehtävä laboratorioissa, jotka täyttävät jonkin seuraavista ehdoista:
 - a) laboratoriot noudattavat Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivissä 2004/10/EY³ säädettyjä hyvän laboratoriokäytännön periaatteita tai vastaaviksi tunnustettuja kansainvälisiä standardeja
 - b) laboratoriot on akkreditoitu asetuksessa (EY) N:o 765/2008 tarkoitetun laboratorioita koskevan standardin mukaisesti.

³ Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivi 2004/10/EY, annettu 11 päivänä helmikuuta 2004, hyvän laboratoriokäytännön periaatteiden noudattamista kemiallisten aineiden kokeissa ja periaatteiden noudattamisen todentamista koskevien lakien, asetusten ja hallinnollisten määräysten lähentämisestä (EUVL L 50, 20.2.2004, s. 44).

LIITE III

6 ARTIKLASSA TARKOITETUT FOSFAATTIEN JA MUIDEN FOSFORIYHDISTEIDEN PITOISUUTTA KOSKEVAT RAJOITUKSET

Pesuaine	Rajoitukset
Kuluttajille tarkoitettut pyykinpesuaineet	Ei saa saattaa markkinoille, jos kokonaisfosforimäärä on 0,5 grammaa tai enemmän siinä määrässä pesuainetta, jota suositellaan käytettäväksi pesusyklin varsinaisessa pesussa tavallisessa pesukoneellisessa, sellaisena kuin se on määritelty liitteessä V olevassa B osassa, kun käytetään kovaa vettä, – ”tavanomaisen likaiselle” pyykille, kun käytetään tehokasta pesuainetta, – ”hieman likaiselle” pyykille, kun käytetään hienopesuun tarkoitettua pesuainetta.
Kuluttajille tarkoitettut konetiskiaineet	Ei saa saattaa markkinoille, jos liitteessä V olevassa B osassa määritellyn normaaliannostuksen kokonaisfosforimäärä on 0,3 grammaa tai enemmän.

LIITE IV

7 ARTIKLAN 2 KOHDASSA TARKOITETTU VAATIMUSTENMUKAISUUDEN ARVIOINTIMENETTELY

Moduuli A – Sisäinen tuotannonvalvonta

1. Moduulin kuvaus

Sisäinen tuotannonvalvonta on vaatimustenmukaisuuden arviointimenettely, jossa valmistaja täyttää 2, 3 ja 4 kohdassa säädetyt velvoitteet sekä varmistaa ja vakuuttaa yksinomaisella vastuullaan, että kyseinen pesuaine tai pinta-aktiivinen aine täyttää siihen sovellettavat tämän asetuksen vaatimukset.

2. Tekniset asiakirjat

2.1. Valmistajan on laadittava tekniset asiakirjat. Asiakirjojen perusteella on voitava arvioida, onko pesuaine tai pinta-aktiivinen aine sovellettavien vaatimusten mukainen, ja niihin on sisällyttävä asianmukainen analyysi ja arviointi riskistä tai riskeistä.

2.2. Teknisissä asiakirjoissa on täsmennettävä sovellettavat vaatimukset, ja niiden on katettava pesuaineen tai pinta-aktiivisen aineen suunnittelu, valmistus ja käyttötarkoitus siinä määrin kuin se on olennaista arvioinnin kannalta. Teknisten asiakirjojen on sisällettävä mahdollisuuksien mukaan ainakin seuraavat osatekijät:

- a) pesuaineen tai pinta-aktiivisen aineen yleinen kuvaus ja käyttötarkoituksen kuvaus
- b) testausselostet, joista käy ilmi liitteen I ja tapauksen mukaan liitteiden II ja III noudattaminen
- c) luettelo testimenetelmistä, joilla osoitetaan tämän asetuksen vaatimusten noudattaminen
- d) tehtyjen laskelmien ja tarkastusten tulokset
- e) ainesosaluettelo, joka täyttää seuraavat vaatimukset:
 - i) siinä luetellaan kaikki liitteessä V olevassa A osassa tarkoitetut tarkoituksellisesti lisätyt aineet ja säilöntäaineet
 - ii) siinä mainitaan kunkin ainesosan kemiallinen nimi tai IUPAC-nimi sekä INCI-nimi, CAS-numero ja Euroopan farmakopean mukainen nimi, jos ne ovat saatavilla
 - iii) siinä luetellaan kaikki ainesosat painon mukaan alenevassa järjestyksessä, ja luettelo on jaettu seuraaviin painoprosenttialueisiin:
 - 1) 10 prosenttia tai enemmän
 - 2) 1 prosentti tai enemmän mutta alle 10 prosenttia
 - 3) 0,1 prosenttia tai enemmän mutta alle 1 prosenttia
 - 4) alle 0,1 prosenttia.

Edellä olevaa e alakohtaa sovellettaessa hajustetta, haihtuvaa öljyä tai väriainetta pidetään yhtenä ainesosana.

3. Valmistus

Valmistajan on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet sen varmistamiseksi, että valmistusprosessilla ja sen valvonnalla taataan, että pesuaine tai pinta-aktiivinen aine on 2 kohdassa tarkoitettujen teknisten asiakirjojen ja siihen sovellettavien tämän asetuksen vaatimusten mukainen.

LIITE V

MERKINTÄVAATIMUKSET

A OSA – SISÄLTÖÄ KOSKEVAT TIEDOT

Markkinoilla saataville asetettavien pesuaineiden ja pinta-aktiivisten aineiden tuoteselosteisiin sisällytettävät tiedot

1. Ilmoitettaessa seuraavassa luettelossa mainittujen ainesosien pitoisuutta, kun se on yli 0,2 painoprosenttia, on käytettävä painoprosenttialueita ”alle 5 prosenttia”, ”5 prosenttia tai enemmän mutta alle 15 prosenttia”, ”15 prosenttia tai enemmän mutta alle 30 prosenttia” tai ”30 prosenttia tai enemmän”.
 - a) fosfaatit
 - b) fosfonaatit
 - c) anioniset pinta-aktiiviset aineet
 - d) kationiset pinta-aktiiviset aineet
 - e) amfoteeriset pinta-aktiiviset aineet
 - f) ionittomat pinta-aktiiviset aineet
 - g) happipohjaiset valkaisuaineet
 - h) klooripohjaiset valkaisuaineet
 - i) EDTA ja sen suolat
 - j) nitrilotrietikkahappo (NTA) ja sen suolat
 - k) fenolit ja halogenoidut fenolit
 - l) paradiklooribentseeni
 - m) aromaattiset hiilivedyt
 - n) alifaattiset hiilivedyt
 - o) halogenoidut hiilivedyt
 - p) saippua
 - q) zeoliitit
 - r) polykarboksylaattit.
2. Seuraaviin luokkiin kuuluvat ainesosat, jos niitä käytetään, luetellaan riippumatta niiden pitoisuudesta:
 - a) entsyymit
 - b) mikro-organismit
 - c) optiset kirkasteet
 - d) hajusteet.
3. Säilöntäaineet luetellaan niiden pitoisuudesta riippumatta käyttäen mahdollisuuksien mukaan asetuksen (EY) N:o 1223/2009 33 artiklassa tarkoitettua järjestelmää, sikäli kuin ne

- a) myötävaikuttavat pesuaineen luokitteluun asetuksen (EU) N:o 528/2012 3 artiklan 1 kohdan 1 alakohdassa tarkoitetuksi käsitellyksi esineeksi
- b) on lueteltu pesuaineen ainesosan yhteydessä.

Ensimmäisen alakohdan b alakohdassa lueteltujen ehtojen ei tarvitse täyttyä, jos säilöntäaineet eivät asetuksen (EY) N:o 1272/2008 liitteessä I olevassa 3.4.3.3 kohdassa ja taulukossa 3.4.6 tarkoitettuja haastevaiheen pitoisuusrajoja tai niillä ei enää ole säilyvyyttä parantavaa vaikutusta lopputuotteessa edes yhdessä muiden säilöntäaineiden kanssa.

- 4. Jos asetuksen (EY) N:o 1223/2009 liitteessä III olevissa viitenumerokohdissa 45, 67–92 ja [X]–[X] lueteltuja allergisoivia hajusteita lisätään pesuaineeseen yli 0,01 painoprosentin pitoisuuksina, ne on merkittävä käyttäen kyseisen asetuksen 33 artiklassa tarkoitettua järjestelmää. Ensimmäistä virkettä ei sovelleta allergisoiviin hajusteisiin, joiden osalta asetuksen (EY) N:o 1272/2008 mukaiset merkintäkynnykset ylittyvät.
- 5. Edellä 1–4 kohdassa tarkoitettuja vaatimuksia ei sovelleta ammattikäyttöön tarkoitettuihin pesuaineisiin ja pinta-aktiivisiin aineisiin, kunhan kyseisissä kohdissa vaadittuja tietoja vastaavat tiedot annetaan asetuksen (EY) N:o 1907/2006 31 artiklan mukaisesti laaditun käyttöturvallisuustiedotteen kohdassa 15.
- 6. Edellä 1–5 kohdassa lueteltujen tietojen lisäksi mikro-organismeja sisältävien pesuaineiden tuoteselosteessa on oltava seuraavat tiedot:
 - a) maininta tai turvalauseke siitä, että tuotetta ei saa käyttää pinnoilla, jotka ovat kosketuksissa elintarvikkeen kanssa
 - b) merkintä tuotteen säilyvyysajasta
 - c) käyttöohjeet ja tapauksen mukaan varotoimet.

B OSA – ANNOSTELUOHJEET

Kuluttajille tarkoitettujen pyykinpesuaineiden ja kuluttajille tarkoitettujen konetiskiaineiden tuoteselosteessa ilmoitettavat tiedot

- 1. Kuluttajille tarkoitettujen pesuaineiden tuoteselosteessa on oltava seuraavat tiedot:
 - a) suositellut määrät ja/tai annosteluohjeet millilitroina tai grammoina ilmaistuna tavallista pesukoneellista pyykkiä kohti pehmeälle, keskikovalle ja kovalle vedelle sekä yhdelle tai kahdelle pesusyklille
 - b) montako tavallista pesukoneellista ”tavanomaisen likaista” pyykkiä voidaan pestä pakkauksen sisältämällä tehokkaalla pesuaineella ja montako tavallista pesukoneellista ”hieman likaista” pyykkiä voidaan pestä pakkauksen sisältämällä hienopesuun tarkoitettulla pesuaineella, kun käytetään keskikovaa vettä (2,5 mmol CaCO₃/l)
 - c) pakkauksessa mahdollisesti annettavan mitta-astian vetoisuus millilitroina tai grammoina. Mitta-astiassa on oltava merkit, jotka osoittavat sopivan annoksen tavalliselle pesukoneelliselle pyykkiä pehmeälle, keskikovalle ja kovalle vedelle.
- 2. Edellä olevaa 1 kohtaa sovellettaessa tavallinen pesukoneellinen on tehokkaiden pesuaineiden tapauksessa 4,5 kg kuivaa pyykkiä ja hienopesuun tarkoitettujen pesuaineiden tapauksessa 2,5 kg kuivaa pyykkiä. Pesuainetta pidetään tehokkaana,

jos valmistajan antamissa tuotetiedoissa ei ensisijaisesti painoteta kankaan hellävaraista käsittelyä (matalaa lämpötilaa, herkkiä kuituja ja värejä).

3. Kuluttajille myytävien konetiskiaineiden tuoteselosteessa on ilmoitettava normaaliannostus, joka on grammoina tai millilitroina tai tabletteina ilmaistu annostus täyden 12 hengen astiastolle tarkoitetun tiskikoneen varsinaiselle pesuohjelmalle ja tavanomaisesti likaantuneille astioille siten, että annostelussa otetaan tapauksen mukaan huomioon pehmeä, keskikova ja kova vesi.

C OSA – DIGITAALINEN TUOTESELOSTE

Seuraavat A osassa tarkoitetut sisältötiedot voidaan 16 artiklan 1 kohdan toisen alakohdan mukaisesti antaa pelkästään digitaalisessa tuoteselosteessa käyttäen A osassa täsmennettyä esitystapaa:

- a) anioniset pinta-aktiiviset aineet
- b) kationiset pinta-aktiiviset aineet
- c) amfoteeriset pinta-aktiiviset aineet
- d) ionittomat pinta-aktiiviset aineet
- e) fosfaatit
- f) fosfonaatit
- g) saippua.

D OSA – KULUTTAJILLE TARKOITETTUIEN PYYKINPESUAINEIDEN YKSINKERTAISTETUT ANNOSTELUOHJEET

Yksinkertaistetussa annostelutaulukossa on annettava seuraavat tiedot:

- a) peruskäyttöohjeet
- b) suositellut määrät keskikovalle vedelle ja pyykin eri likaisuusasteille
- c) pyykkimäärä.

LIITE VI

TUOTEPASSI

Tuotepassissa on annettava seuraavat tiedot:

- a) pesuaineen tai pinta-aktiivisen aineen yksilöllinen tuotetunnus
- b) valmistajan tai tämän valtuutetun edustajan nimi ja osoite sekä valmistajan yksilöllinen toimijatunnus
- c) jäljitettävyyden mahdollistava pesuaineen tai pinta-aktiivisen aineen tunniste, kuten riittävän terävä värikuva, jonka avulla pesuaine tai pinta-aktiivinen aine voidaan tunnistaa
- d) tavarankoodi, johon pesuaine tai pinta-aktiivinen aine luokitellaan tuotepassin laatimishetkellä neuvoston asetuksen (ETY) N:o 2658/87⁴ mukaisesti
- e) viittaukset unionin säädöksiin, joiden mukainen pesuaine tai pinta-aktiivinen aine on
- f) täydellinen luettelo pesuaineeseen tai pinta-aktiiviseen aineeseen tarkoituksellisesti lisätyistä aineista ja säilöntäaineista merkittyinä liitteessä V olevan A osan 3 kohdan ensimmäisen alakohdan b alakohdan mukaisesti käyttäen kansainvälistä kosmeettisten aineiden nimistön tai jos sitä ei ole saatavilla, Euroopan farmakopean mukaista nimeä tai jos sitä ei ole saatavilla, aineen kemiallista nimeä tai kansainvälisen puhtaan ja sovelletun kemian liiton (IUPAC) mukaista nimeä.

Edellä f alakohdassa tarkoitettua velvollisuutta ei sovelleta ammattikäyttöön tarkoitettuihin pesuaineisiin eikä ammattikäyttöön tarkoitettujen pesuaineiden pinta-aktiivisiin aineisiin, joista on saatavilla asetuksen (EY) N:o 1907/2006 31 artiklassa tarkoitettu käyttöturvallisuustiedote.

⁴ Neuvoston asetus (ETY) N:o 2658/87, annettu 23 päivänä heinäkuuta 1987, tariffi- ja tilastonimikkeistä ja yhteisestä tullitariffista (EYVL L 256, 7.9.1987, s. 1).

LIITE VII

22 ARTIKLAN 2 KOHDASSA TARKOITETUT TESTAUSMENETELMÄT

1. VERTAILUMENETELMÄ (VARMISTUSTESTI)

1.1. Määritelmä

Tässä menetelmässä esitetään aktiivilietelaitosta ja saostusallasta edustava laboratoriomalli, jonka tarkoituksena on simuloida kunnallista jätevedenpuhdistusta. Määritykset voidaan myös tehdä uusimpien toimintaolosuhteita koskevien ohjeiden mukaisesti standardissa EN ISO 11733 kuvatulla tavalla.

1.2. Mittauksessa tarvittavat laitteet

Mittausmenetelmässä käytetään kuvassa 1 ja yksityiskohtaisemmin kuvassa 2 esitettyä pientä aktiivilietelaitosta. Laitteistossa on jätevesiastia (A) synteettistä jätevettä varten, annostelupumppu (B), ilmastusastia (C), saostusastia (D), ilmapumppu (E) aktiivilietteen kierrättämistä varten ja astia (F) laitteistosta tulevan käsitellyn jäteveden keräämiseksi.

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

1.3. Synteettinen jätevesi

Määrittelyssä käytetään synteettistä jätevettä. Litraan vesijohtovettä liuotetaan

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

Synteettinen jätevesi valmistetaan päivittäin.

1.4. Näytteiden valmistelu

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

1.5. Laitteiston käyttö

Täytetään ilmastusastia C ja saostusastia D synteettisellä jätevedellä. Asetetaan astia D sellaiselle korkeudelle, että ilmastusastiassa C on kolme litraa nestettä. Lisätään mikrobisiirrosteena 3 ml hyvälaatuista biologisesti käsiteltyä jätevettä, joka on juuri otettu lähinnä kotitalousjätevesiä käsittelevästä laitoksesta. Jätevesinäyte on pidettävä aerobisissa olosuhteissa näytteen ottamisen ja sen mittauslaitteistoon

annostelun välillä. Käynnistetään ilmastuslaite G, ilmapumppu E ja annostelupumppu B. Synteettisen jäteveden on mentävä ilmastusastian C läpi nopeudella yksi litra tunnissa, jolloin keskimääräinen viipymisaika on kolme tuntia.

Säädetään ilmastusnopeus sellaiseksi, että astian C sisältö pysyy kaiken aikaa suspensiossa ja että liuenneen hapen määrä on vähintään 2 mg/l. Vaahtoaminen täytyy estää sopivalla keinolla. Sellaisia vaahdonestoaineita ei saa käyttää, jotka ehkäisevät aktiivilietteen toimintaa tai sisältävät pinta-aktiivista ainetta. Säädetään ilmapumppu E siten, että aktiiviliete kierrätetään saostusastiasta D ilmastusastiaan C jatkuvasti ja säännöllisesti. Jos ilmastusastian C yläosaan, saostusastian D pohjalle tai kierrätysputkistoon kertyy lietettä, se täytyy saattaa takaisin kierrätykseen vähintään kerran päivässä harjaamalla tai muulla sopivalla keinolla. Jos liete ei laskeudu astian pohjalle, sen laskeutuvuutta voidaan parantaa lisäämällä 5-prosenttista ferrikloridiliuosta 2 ml:n erissä niin monta kertaa kuin on tarpeen.

Kerätään saostusastiasta D kahdenkymmenenneljän tunnin ajan nestettä astiaan F, minkä jälkeen sekoitetaan perusteellisesti ja otetaan näyte. Puhdistetaan astia F huolellisesti.

1.6. Mittauslaitteiston tarkastaminen

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

Pinta-aktiivisen aineen pitoisuus astiaan F kahdessakymmenessä neljässä tunnissa kerätyssä nesteessä (mg/l) on määritettävä analyttisesti samalla menetelmällä välittömästi keräyksen loputtua. Muussa tapauksessa näytteet on säilytettävä hyvin, mieluiten pakastettuina. Pitoisuudet on määritettävä tarkkuudella 0,1 mg pinta-aktiivista ainetta litrassa.

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

COD:n tai DOC:n pientymisen olisi tasoituttava, kun saavutetaan suunnilleen säännöllinen pinta-aktiivisen aineen biohajoavuuden päivittäinen taso kuvassa 3 esitetyn esivaiheen lopussa.

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

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

1.7. Biohajoavuuden laskeminen

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

Näin saadut hajoavuusarvot esitetään kuvaajan avulla kuten kuvassa 3.

Pinta-aktiivisen aineen hajoavuus on laskettava esivaihetta ja akklimatisaatiojaksoa seuraavien kahdenkymmenen yhden vuorokauden aikana saatujen arvojen aritmeettisena keskiarvona, jos hajoaminen on ollut tänä aikana säännöllistä ja laitteiston toiminta ongelmaton. Esivaihe ei saa missään tapauksessa olla kuutta viikkoa pitempi.

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

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

2. ANIONISTEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN MÄÄRITTÄMINEN BIOHAJOAVUUSTESTEISSÄ

2.1. Periaate

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

2.2. Reagenssit ja laitteet

2.2.1. Puskuriliuos, pH 10

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

2.2.2. Neutraali metyleenisiniliuos

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

2.2.3. Hapan metyleenisiniliuos

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

2.2.4. Kloroformi (trikloorimetaani) (analyysilaatua), juuri tislattua

2.2.5. Dodekylibentseenisulfonihapon metyyliesteri

2.2.6. Kaliumhydroksidin (KOH) etanoliliuos, 0,1 M

2.2.7. Etanoli, purum, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

2.2.8. Rikkihappo, H_2SO_4 0,5 M

2.2.9. Fenoliftaleiiniliuos

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

- 2.2.10. *Metanolin ja suolahapon seos: 250 ml suolahappoa (analyysilaatua) ja 750 ml metanolia*
- 2.2.11. *Erotussuppilo, 250 ml*
- 2.2.12. *Mittapullo, 50 ml*
- 2.2.13. *Mittapullo, 500 ml*
- 2.2.14. *Mittapullo, 1 000 ml*
- 2.2.15. *Pyöreäpohjainen pullo (keittopullo) ja hiottu lasitulppa sekä palautusjäähdytin, 250 ml; kiehumakiviä*
- 2.2.16. *pH-mittari*
- 2.2.17. *Fotometri, jolla voi mitata aallonpituudella 650 nm, ja 1–5 cm:n kyvettejä*
- 2.2.18. *Kvalitatiivista suodatinpaperia*

2.3. Menettely

Analysoitavia näytteitä ei saa ottaa vaahtokerroksen läpi.

Puhdistetaan analyysiin käytettävät laitteet perusteellisesti vedellä ja huuhdellaan ne metanolin ja suolahapon seoksella (2.2.10 kohta) ja deionisoidulla vedellä ennen käyttöä.

Suodatetaan aktiivilietelaitokseen menevä ja sieltä tuleva tutkittava jätevesi heti näytteenoton yhteydessä. Heitetään ensimmäiset 100 ml suodoksista pois.

Kaadetaan 250 ml:n erotussuppiloon (2.2.11 kohta) tunnettu määrä näytettä, joka on tarvittaessa neutraloitu. Näytteen pitäisi sisältää 20–150 µg MBAS-suoloja. Kun MBAS-pitoisuus on pieni, voidaan käyttää enintään 100 ml:n näytettä. Jos näytettä on vähemmän kuin 100 ml, se laimennetaan 100 ml:aan deionisoidulla vedellä. Lisätään näytteeseen 10 ml puskuriliuosta (2.2.1 kohta), 5 ml neutraalia metyleenisiniliuosta (2.2.2 kohta) ja 15 ml kloroformia (2.2.4 kohta). Ravistellaan seosta minuutin ajan tasaisesti mutta ei liian voimakkaasti. Kun faasit ovat erottuneet, lasketaan kloroformikerros toiseen erotussuppiloon, jossa on 110 ml deionisoitua vettä ja 5 ml hapanta metyleenisiniliuosta (2.2.3 kohta). Ravistellaan seosta minuutin ajan. Suodatetaan kloroformikerros etukäteen puhdistetun ja kloroformilla kostutetun puuvillasuodattimen läpi mittapulloon (2.2.12 kohta).

Uutetaan emäksiset ja happamat liuokset kolme kertaa käyttäen toisessa ja kolmannessa uutoksessa 10 ml kloroformia. Yhdistetään kloroformiuutteet ja suodatetaan ne saman puuvillasuodattimen läpi. Täytetään merkkiin asti 50 ml:n mittapullossa (2.2.12 kohta) sillä kloroformilla, jota käytettiin puuvillasuodattimen pesuun. Mitataan kloroformiliuoksen absorbanssi fotometrillä aallonpituudella 650 nm 1–5 cm:n kyveteissä kloroformia vasten. Tehdään koko menettelyn kattava nollakoe.

2.4. Kalibrointikuvaaja

Valmistetaan kalibrointiliuos standardiaineesta eli dodekyylibentseenisulfonihapon metyyliesteristä (tetrapropyleenityyppi, molekyylipaino 340), kun se on saippuoitu kaliumsuolaksi. Lasketaan MBAS natriumdodekyylibentseenisulfonaattina (molekyylipaino 348).

Punnitaan punnituspipetistä 400–450 mg dodekyylibentseenisulfonihapon metyyliesteriä (2.2.5 kohta) 0,1 mg:n tarkkuudella keittopulloon ja lisätään 50 ml

etanolista kaliumhydroksidiliuosta (2.2.6 kohta) ja muutama kiehumakivi. Liitetään palautusjäähdytin pulloon ja keitetään seosta tunnin ajan. Annetaan jäähtyä, pestään jäähdytin ja hiottu lasiliitos noin 30 ml:lla etanolia ja lisätään pesuliuos pulloon. Titrataan liuos rikkihapolla käyttäen fenoliftaleiinia, kunnes liuos muuttuu värittömäksi. Siirretään liuos 1 000 ml:n mittapulloon (2.2.14 kohta), laimennetaan merkkiin asti deionisoidulla vedellä ja sekoitetaan.

Laimennetaan osa tästä pinta-aktiivisten aineiden kantaliuoksesta laimeammaksi. Otetaan 25 ml liuosta ja siirretään se 500 ml:n mittapulloon (2.2.13 kohta), laimennetaan merkkiin saakka deionisoidulla vedellä ja sekoitetaan.

Tämä standardiliuos sisältää

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

jossa E on näytteen paino milligrammoina.

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

2.5. Tulosten laskeminen

Luetaan näytteessä olevien anionisten pinta-aktiivisten aineiden (MBAS) määrä kalibrintokuvaajalta (2.4 kohta). Näytteen MBAS-pitoisuus voidaan laskea yhtälöstä

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

jossa V = käytetyn näytteen tilavuus (ml).

Ilmoitetaan tulokset natriumdodekyylibentseenisulfonaattina (molekyylipaino 348).

2.6. Tulosten ilmoittaminen

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

3. IONITTOMIEN PINTA-AKTIIVISTEN AINEIDEN MÄÄRITTÄMINEN BIOHAJOAVUUDEN TESTILIUOKSISSA

3.1. Periaate

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

Liuotetaan kaasun avulla uutettu pinta-aktiivinen aine etyyliasetaattiin.

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

Suodatetaan sakka, pestään se jääetikalla ja liuotetaan se ammoniumtartraattiliuokseen. Titrataan liuoksessa oleva vismutti potentiometrisesti pyrrolidiiniditiokarbamaattiliuoksella pH:ssa 4–5 käyttämällä indikaattorina kirkasta

platinaelektrodia ja referenssinä kalomeli- tai hopea/hopeakloridielektrodia. Menetelmä soveltuu 6–30 alkyleenioksidiryhmää sisältäville ionittomille pinta-aktiivisille aineille.

Kerrotaan titraustulos kokeellisesti määritetyllä tekijällä 54, jolla se muunnetaan vertailuaineeksi. Vertailuaine on nonyylifenoli, joka on kondensoitu 10 moolilla etyleenioksidia (NP 10).

3.2. Reagenssit ja laitteet

Reagenssit tehdään deionisoituun veteen.

3.2.1. Puhdas vasta tislattu etyyliasetaatti

3.2.2. Natriumbikarbonaatti (NaHCO_3), analyysilaatua

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

3.2.4. Metanoli (analyysilaatua), vasta tislattu, säilytetään lasipullossa

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

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

3.2.6.1. Liuos A

Liuotetaan 1,7 g vismuttinitraattia $\text{BiONO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (analyysilaatua) 20 ml:aan jääetikkaa ja laimennetaan vedellä 100 ml:aan. Liuotetaan 65 g kaliumjodidia (analyysilaatua) 200 ml:aan vettä. Sekoitetaan nämä kaksi liuosta 1 000 ml:n mittapullossa, lisätään 200 ml jääetikkaa (3.2.7 kohta) ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:aan.

3.2.6.2. Liuos B

Liuotetaan 290 g bariumkloridia, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (analyysilaatua), 1 000 ml:aan vettä.

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

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

3.2.9. Laimea ammoniakkiliuos: laimennetaan 40 ml ammoniakkiliuosta (analyysilaatua, tiheys 0,910 g/ml) vedellä 1 000 ml:aan.

3.2.10. Standardiasetaattipuskuri: liuotetaan 40 g kiinteää natriumhydroksidia (analyysilaatua) 500 ml:aan vettä dekantterilasissa ja annetaan jäähtyä. Lisätään 120 ml jääetikkaa (3.2.7 kohta). Sekoitetaan perusteellisesti, annetaan jäähtyä ja siirretään 1 000 ml:n mittapulloon. Laimennetaan vedellä merkkiin saakka.

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

3.2.12. Kuparisulfaattiliuos (3.2.11 kohdassa tarkoitetun liuoksen vakioimiseen).

KANTALIUOS

Sekoitetaan 1,249 g kuparisulfaattia, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (analyysilaatua), ja 50 ml rikkihappoa (pitoisuus 0,5 M) ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:aan.

STANDARDILIUOS

Sekoitetaan 50 ml kantaliuosta ja 10 ml rikkihappoa H_2SO_4 (pitoisuus 0,5 M) ja laimennetaan vedellä 1 000 ml:aan saakka.

3.2.13. Natriumkloridi (analyysilaatua)

3.2.14. Kaasu-uuttolaite (ks. kuva 5) Sintterilevyn halkaisijan täytyy olla yhtä suuri kuin sylinterin sisähalkaisija.

3.2.15. Erotussuppilo, 250 ml

3.2.16. Magneettisekoittaja ja 25–30 mm:n magneettisekoitussauva

3.2.17. Goochin upokas, reikälevyn halkaisija 25 mm, tyyppi G4

3.2.18. Pyöreitä lasikuitusuodatinpapereita, halkaisija 27 mm ja huokoskoko 0,3–1,5 μm

3.2.19. Kaksi suodatinpulloa, adapterit ja kumikaulukset, 500 ja 250 ml

3.2.20. Piirturilla varustettu potentiometri, jossa on kirkas platina-indikaattorielektrodi ja kalomeli- tai hopea/hopeakloridi-referenssielektrodi, alue 250 mV, sekä 20–25 ml:n automaattibyretti, tai vaihtoehtoisesti käsikäyttöinen laitteisto.

3.3. Menetelmä

3.3.1. Pinta-aktiivisen aineen konsentroidi ja erotus

Suodatetaan vesiliuoksena oleva näyte kvalitatiivisen suodatinpaperin läpi. Heitetään ensimmäiset 100 ml suodoksista pois.

Kaadetaan mitattu määrä näytettä, joka sisältää 250–800 μg ionitonta pinta-aktiivista ainetta, kaasu-uuttolaitteeseen, joka on ensin huuhdeltu etyyliasetaatilla.

Lisätään erotuksen tehostamiseksi 100 g natriumkloridia ja 5 g natriumbikarbonaattia.

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

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

Lisätään vettä ylempään tulppaan asti.

Lisätään varovasti 100 ml etyyliasetaattia veden päälle.

Täytetään kaksi kolmasosaa kaasulinjassa (typpi tai ilma) olevasta pesupullostasta etyyliasetaatilla.

Kuplitetaan laitteen läpi kaasua nopeudella 30–60 l/h mieluiten virtausmittaria käyttäen. Ilmastusnopeutta täytyy lisätä alussa asteittain. Kaasun virtausnopeus täytyy säätää siten, että faasit pysyvät selvästi erillään, jolloin minimoidaan faasien

sekoittuminen ja etyyliasetaatin liukeneminen veteen. Katkaistaan kaasun virtaus viiden minuutin kuluttua.

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

Siirretään orgaaninen faasi erotussuppiloon. Jos erotussuppiloon tulee vesifaasia, sitä pitäisi tulla vain pari millilitraa ja se kaadetaan takaisin uuttolaitteeseen. Suodatetaan etyyliasetaattifaasi kuivan kvalitatiivisen suodatinpaperin läpi 250 ml:n dekanterilasiin.

Lisätään uuttolaitteeseen 100 ml etyyliasetaattia ja kuplitetaan läpi typeä tai ilmaa viisi minuuttia. Siirretään orgaaninen faasi samaan erotussuppiloon kuin ensimmäisessä erotuksessa, kaadetaan vesifaasi pois ja suodatetaan orgaaninen faasi saman suodatinpaperin läpi kuin ensimmäinen etyyliasetaattiuutos. Huuhdellaan erotussuppilo ja suodatin noin 20 ml:lla etyyliasetaattia.

Haihdutetaan etyyliasetaattiuute kuiviin vesihauteessa (vetokaapissa). Johdetaan liuoksen pinnan yli heikko ilmavirta haihtumisen nopeuttamiseksi.

3.3.2. *Saostus ja suodatus*

Liuotetaan 3.3.1 kohdan mukaisesti saatu kuiva jäännös 5 ml:aan metanolia, lisätään 40 ml vettä ja 0,5 ml laimeaa suolahappoa (3.2.3 kohta) ja sekoitetaan magneettisekoittajalla.

Lisätään liuokseen 30 ml saostusreagenssia (3.2.6 kohta) mittalasista. Sakka laskeutuu, kun seosta on sekoitettu jonkin aikaa. Sekoitetaan seosta kymmenen minuuttia ja annetaan sen seistä vähintään viisi minuuttia.

Suodatetaan seos Goochin upokkaan läpi, jonka pohjalla on lasikuitusuodatinpaperi. Pestään suodatin ensin noin 2 ml:lla jääetikkaa imua käyttäen. Pestään seuraavaksi dekanterilasi, magneettisekoitussauva ja upokas jääetikalla, jota tarvitaan noin 40–50 ml. Dekanterilasin sisäreunoihin tarttunutta sakkaa ei tarvitse siirtää kvantitatiivisesti suodattimeen, koska titrausta varten sakka liuotetaan ja pannaan takaisin saostusastiaan, jolloin myös jäljellä oleva sakka liukenee.

3.3.3. *Sakan liuotus*

Liuotetaan suodatinupokkaassa oleva sakka lisäämällä kuumaa ammoniumtartraattiliuosta (noin 80 °C) (3.2.8 kohta) kolme kertaa 10 ml:n erissä. Annetaan kunkin erän olla upokkaassa muutama minuutti ennen kuin se imetään suodattimen läpi pulloon.

Kaadetaan suodatinpullon saostuksessa käytettyyn dekanterilasiin. Huuhdellaan lasin laidat vielä 20 ml:lla tartraattiliuosta lopun sakan liuottamiseksi.

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

3.3.4. *Titraus*

Sekoitetaan liuosta magneettisekoittajalla (3.2.16 kohta), lisätään pari tippaa bromokresolipurppuraa (3.2.5 kohta) ja laimeaa ammoniakkiliuosta (3.2.9 kohta), kunnes väri muuttuu violetiksi (liuos on heikosti hapan huuhtomiseen käytetyn etikkahapon jäämistä).

Lisätään 10 ml standardiasetaattipuskuria (3.2.10 kohta), upotetaan elektrodit liuokseen ja titrataan potentiometrisesti standardikarbaattiliuoksella (3.2.11 kohta). Byretin kärjen täytyy olla upotettuna liuokseen.

Titrausnopeus ei saa olla suurempi kuin 2 ml/min.

Loppupiste on potentiaalikuvaajan kahden haaran tangenttien leikkauspiste.

Potentiaalikuvaajan taitekohta voi joskus loiventua. Tämä voidaan korjata puhdistamalla platinaelektrodi huolellisesti (kiillottamalla hiomapaperilla).

3.3.5. Nollakokeet

Tehdään samaan aikaan nollakokeet käyttäen 5 ml metanolia ja 40 ml vettä 3.3.2 kohdassa annettujen ohjeiden mukaisesti. Nollanäytteen titraustuloksen olisi oltava alle 1 ml, sillä muuten ei voida olla varmoja reagenssien (3.2.3, 3.2.7, 3.2.8, 3.2.9, 3.2.10 kohta) puhtaudesta (erityisesti raskasmetallien osalta) ja ne täytyy vaihtaa. Nollakoe täytyy ottaa huomioon tuloksia laskettaessa.

3.3.6. Karbaattiliuoksen kertoimen tarkastaminen

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

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

ja kaikki titraustulokset kerrotaan tällä tekijällä.

3.4. Tulosten laskeminen

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

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

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

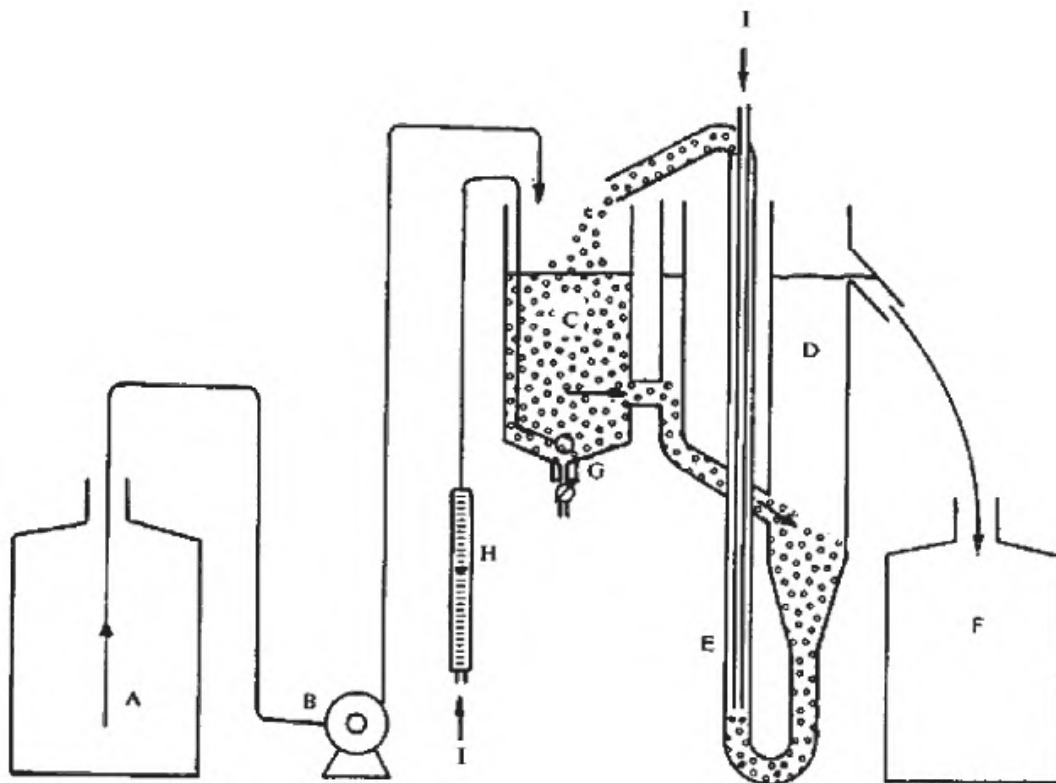
jossa

b	=	näytteen kuluttaman karbaattiliuoksen määrä (ml)
c	=	nollanäytteen kuluttaman karbaattiliuoksen määrä (ml)
f	=	karbaattiliuoksen kerroin.

3.5. Tulosten ilmoittaminen

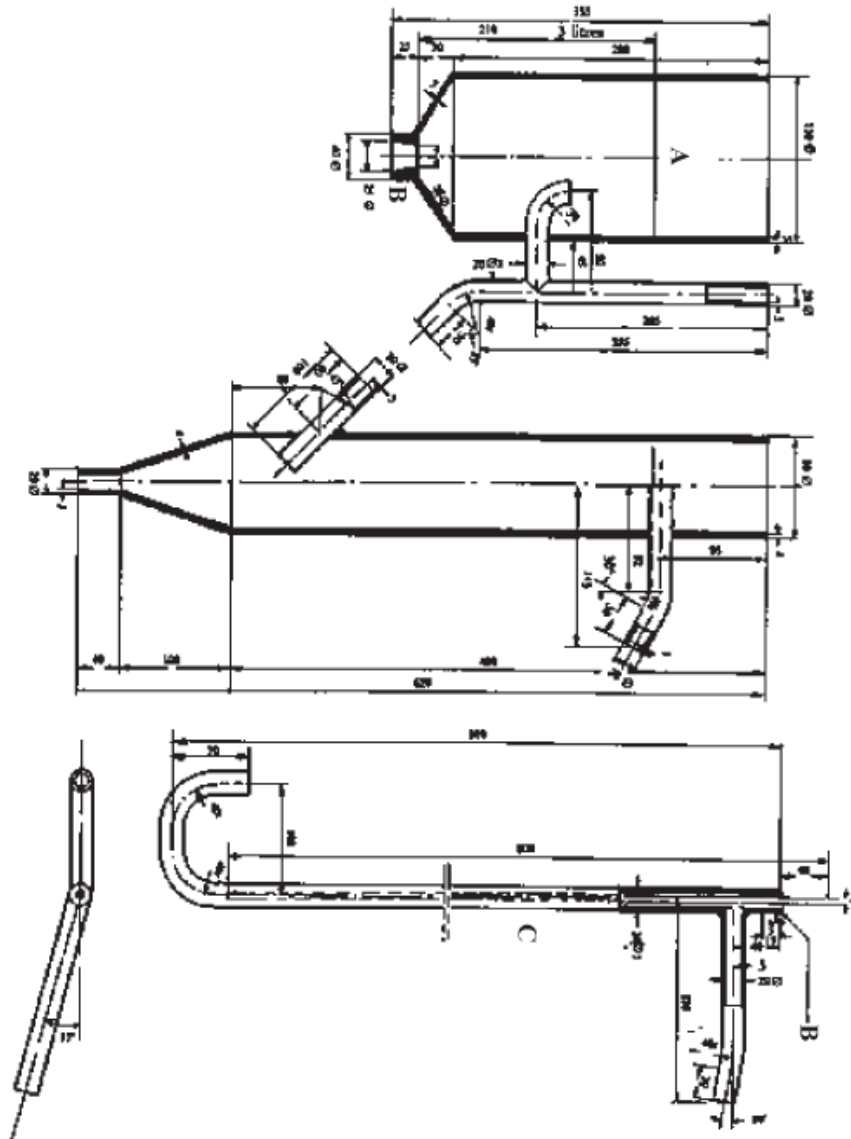
Tulokset ilmoitetaan milligrammoina litrassa (NP 10) tarkkuudella 0,1.

Kuva 1 Aktiivilietelaitos: yleiskuva



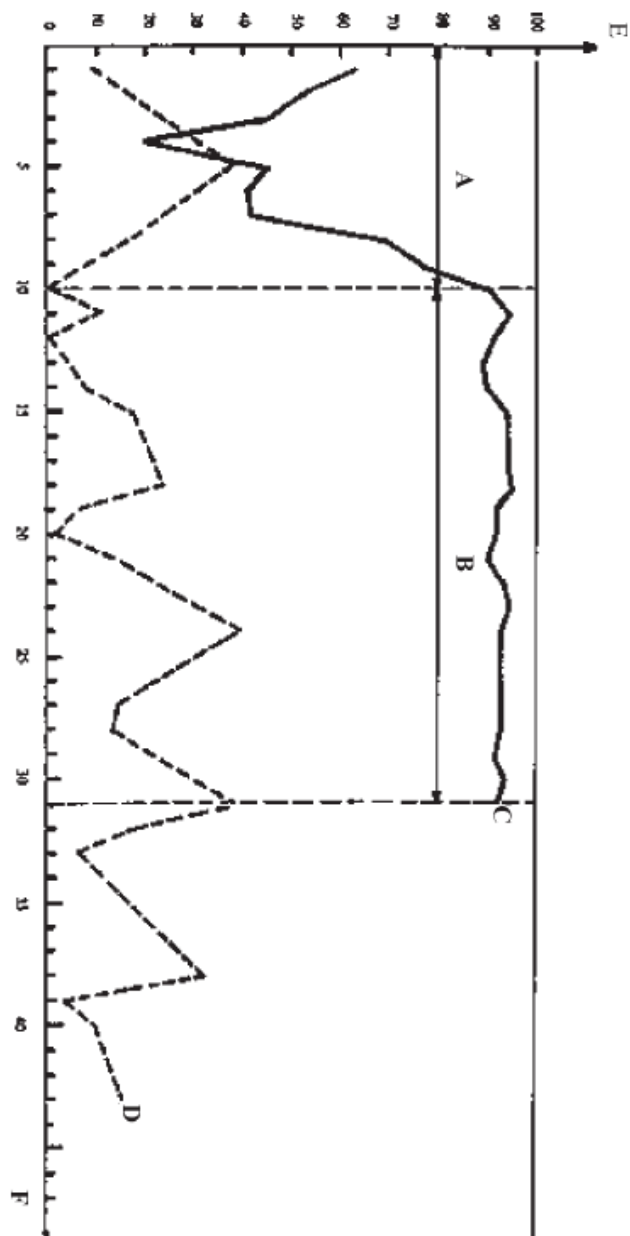
A	Säilytysastia
B	Annostelulaite
C	Ilmastusastia (vetoisuus kolme litraa)
D	Saostusastia
E	Ilmapumppu
F	Keräin
G	Sintteri-ilmastin
H	Ilmanvirtausmittari
I	Ilmaa

Kuva 2 Aktiivilietelaitos: tarkempi kuvaus (mitat millimetreinä)



A	Nesteen taso
B	Kovaa PVC:tä
C	Lasia tai vedenkestävää muovia (kovaa PVC:tä)

Kuva 3 Biohajoavuuden laskeminen – varmistustesti



A	Esivaihe
B	Laskenta-aika (21 vuorokautta)
C	Helposti hajoava pinta-aktiivinen aine
D	Pinta-aktiivinen aine, joka ei ole helposti hajoava
E	Biohajoavuus (%)
F	Aika (vuorokausina)

LIITE VIII
VASTAAVUUSTAULUKKO

Asetus (EY) N:o 648/2004	Tämä aset
1 artiklan 1 kohta	1 artiklan 1 kohta
1 artiklan 2 kohta	—
2 artiklan 1 kohta	2 artiklan 1 kohta
2 artiklan 1 a alakohta	2 artiklan 2 kohta
2 artiklan 1 b kohta	2 artiklan 3 kohta
2 artiklan 2 kohta	—
2 artiklan 3 kohta	2 artiklan 6 kohta
2 artiklan 4 kohta	2 artiklan 7 kohta
2 artiklan 5 kohta	2 artiklan 8 kohta
2 artiklan 6 kohta	2 artiklan 11 kohta
2 artiklan 7 kohta	—
2 artiklan 8 kohta	2 artiklan 12 kohta
2 artiklan 9 kohta	2 artiklan 14 kohta
2 artiklan 9 a alakohta	2 artiklan 13 kohta
2 artiklan 10 kohta	2 artiklan 15 kohta
2 artiklan 11 kohta	—
2 artiklan 12 kohta	2 artiklan 5 kohta
3 artiklan 1 kohta	3 artiklan 1 kohta ja 4 artiklan 2 kohta
3 artiklan 2 kohta	—
3 artiklan 3 kohta	7 artiklan 1 kohta
4 artiklan 1 kohta	4 artiklan 1 kohta
4 artiklan 2 kohta	—
4 artiklan 3 kohta	—
4 a artikla	6 artikla
5 artiklan 1 kohta	—
5 artiklan 2 kohta	—
5 artiklan 3 kohta	—
5 artiklan 4 kohta	—
5 artiklan 5 kohta	—
5 artiklan 6 kohta	—
6 artiklan 1 kohta	—

6 artiklan 2 kohta	—
6 artiklan 3 kohta	—
6 artiklan 4 kohta	—
7 artikla	—
8 artiklan 1 kohta	—
8 artiklan 2 kohta	—
8 artiklan 3 kohta	—
8 artiklan 4 kohta	—
9 artiklan 1 kohta	8 artiklan 2 kohta
9 artiklan 2 kohta	—
9 artiklan 3 kohta	7 artiklan 6 kohta
10 artiklan 1 kohta	—
10 artiklan 2 kohta	22 artiklan 2 kohta
11 artiklan 1 kohta	1 artiklan 2 kohdan b alakohta
11 artiklan 2 ja 3 kohta	15 artiklan 3 kohta
11 artiklan 4 kohta	15 artiklan 4 kohta
11 artiklan 5 kohta	15 artiklan 5 kohta
11 artiklan 6 kohta	—
12 artikla	28 artikla
13 artikla	26 artikla
13 a artiklan 1 kohta	27 artiklan 1 kohta
13 a artiklan 2 kohta	27 artiklan 2 kohta
13 a artiklan 3 kohta	27 artiklan 3 kohta
13 a artiklan 4 kohta	27 artiklan 5 kohta
13 a artiklan 5 kohta	27 artiklan 6 kohta

14 artiklan 1 kohta	3 artiklan 2 kohta
14 artiklan 2 kohta	—
14 artiklan 3 kohta	—
14 artiklan 4 kohta	—
14 artiklan 5 kohta	—
15 artiklan 1 kohdan ensimmäinen alakohta	24 artiklan 1 kohta
15 artiklan 1 kohdan toinen alakohta	24 artiklan 3 kohta
15 artiklan 2 kohta	25 artiklan 4 kohta
16 artiklan 1 kohta	—
16 artiklan 2 kohta	—
17 artikla	33 artikla
18 artikla	29 artikla
19 artikla	35 artikla