



## 339

### Besluit van 23 april 1998, houdende Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen

Wij Beatrix, bij de gratie Gods, Koningin der Nederlanden, Prinses van Oranje-Nassau, enz. enz. enz.

Op de voordracht van de Staatssecretaris van Volksgezondheid, Welzijn en Sport van 28 november 1997, GZB/C&O/976674, gedaan in overeenstemming met Onze Minister van Economische zaken,

Gelet op artikel 4, eerste lid, van de Warenwet;

De Raad van State gehoord (advies van 3 februari 1998, nr. W13.97.0769);

Gezien het nader rapport van de Staatssecretaris van Volksgezondheid, Welzijn en Sport van 17 april 1998, GZB/C&O/98740, uitgebracht in overeenstemming met Onze Minister van Economische zaken;

Hebben goedgevonden en verstaan:

#### Artikel 1

In dit besluit wordt verstaan onder:

- a. aromatische aminen: de in bijlage I bij dit besluit genoemde verbindingen;
- b. Azo-kleurstof: kleurstof waarvan de structuur wordt gekenmerkt door de aanwezigheid van een eenheid van twee stikstofatomen met een tweevoudige onderlinge binding;
- c. pigment: een uit deeltjes bestaande, in het toepassingsmedium praktisch onoplosbare verbinding die als kleurstof wordt gebruikt.

#### Artikel 2

Het is verboden kleding, schoeisel en beddengoed te verhandelen die niet voldoen aan de eisen bij dit besluit gesteld met betrekking tot hun samenstelling of eigenschappen.

#### Artikel 3

1. Kleding, schoeisel en beddengoed bevatten geen Azo-kleurstoffen waaruit aromatische aminen gevormd kunnen worden.
2. Het eerste lid is niet van toepassing op kleding, schoeisel en beddengoed waarin de in het eerste lid bedoelde Azo-kleurstoffen uitsluitend aanwezig zijn als pigment.

#### **Artikel 4**

1. De methoden van onderzoek in bijlage II bij dit besluit zijn bij uitsluiting beslissend voor de vaststelling of met betrekking tot kleding, schoeisel en beddengoed al dan niet is voldaan aan de bij dit besluit gestelde eisen.

2. In afwijking van het eerste lid kunnen voor de vaststelling of met betrekking tot kleding, schoeisel en beddengoed al dan niet is voldaan aan de bij dit besluit gestelde eisen, ook andere methoden van onderzoek worden toegepast met betrekking tot de zojuist genoemde waren indien deze waren, binnen een andere lidstaat van de Europese Unie of een staat die partij is bij de Overeenkomst betreffende de Europese Economische Ruimte, zijn geproduceerd en aldaar rechtmatig in de handel zijn gebracht en deze methoden resultaten opleveren die vergelijkbaar zijn met die van de methoden van onderzoek genoemd in bijlage II.

#### **Artikel 5**

Dit besluit treedt in werking met ingang van de eerste dag na de datum van uitgifte van het Staatsblad waarin het wordt geplaatst, met dien verstande dat tweedehands kleding, schoeisel en beddengoed, alsmede kleding, schoeisel en beddengoed, tevens zijnde persoonlijke beschermingsmiddelen als bedoeld in artikel 1, onder a, van het Warenwetbesluit persoonlijke beschermingsmiddelen, en kleding, schoeisel en beddengoed vervaardigd van teruggewonnen vezels waarin de in artikel 3, eerste lid, bedoelde Azo-kleurstoffen aanwezig zijn, nog tot 1 januari 2000 mogen worden verhandeld.

#### **Artikel 6**

Dit besluit wordt aangehaald als: Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen.

Lasten en bevelen dat dit besluit met de daarbij behorende nota van toelichting in het Staatsblad zal worden geplaatst.

's-Gravenhage, 23 april 1998

Beatrix

De Staatssecretaris van Volksgezondheid, Welzijn en Sport,  
E. G. Terpstra

Uitgegeven de *achttiende* juni 1998

De Minister van Justitie,  
W. Sorgdrager

Het advies van de Raad van State is openbaar gemaakt door terinzagelegging bij het Ministerie van Volksgezondheid, Welzijn en Sport. Tevens zal het advies met de daarbij ter inzage gelegde stukken worden opgenomen in het bijvoegsel bij de Staatscourant van 14 juli 1998, nr. 130.

## NOTA VAN TOELICHTING

Bepaalde aromatische aminen, waaronder benzidine, behoren tot die verbindingen die in staat zijn dan wel ervan verdacht worden bij de mens kanker te veroorzaken.

Deze aminen kunnen onder andere worden gevormd door bepaalde kleurstoffen. Tot deze kleurstoffen behoren bepaalde zogenaamde Azo-kleurstoffen.

Uit onderzoek is bekend dat aromatische aminen via de huid in het lichaam kunnen worden opgenomen. Huidcontact met bedoelde Azo-kleurstoffen leidt derhalve tot een kankerrisico. Uit dien hoofde zijn vele van de hier bedoelde aromatische aminen en daaraan gerelateerde Azo-kleurstoffen al op Europees niveau verboden in stoffen en preparaten, zoals verf en inkt, bestemd voor gebruik door consumenten krachtens richtlijn nr 76/769/EEG van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 27 juli 1976 betreffende de onderlinge aanpassing van de wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen der Lid-Staten inzake de beperking van het op de markt brengen en van het gebruik van bepaalde gevaarlijke stoffen en preparaten (Pb EG L 262).

Het gezondheidsbeschermingsbeleid is er op gericht elke onnodige blootstelling van de consument aan kankerverwekkende, dan wel daarvan verdachte stoffen en preparaten te voorkomen, met name wanneer de consument zich niet bewust is van deze blootstelling. Onnodige blootstelling doet zich voor bij het voorhanden zijn van voldoende alternatieven voor de stoffen en preparaten in kwestie. Voor de hier bedoelde kleurstoffen is dat het geval. Uit een in 1995 gehouden verkennend onderzoek van de Inspectie voor de Gezondheidsbescherming van het Ministerie van Volksgezondheid, Welzijn en Sport, naar aanleiding van vragen uit de Tweede Kamer (Van Middelkoop, GPV), bleek dat in Nederland kledingtextiel wordt aangeboden welke Azo-kleurstoffen bevat die meergenoemde kankerverwekkende, dan wel daarvan verdachte, verbindingen kunnen vormen. Dergelijke kleurstoffen werden door de Stichting Natuur en Milieu in een in hetzelfde jaar gehouden onderzoek ook aangetroffen in schoenen. Naar aanleiding van deze bevindingen is het Rijksinstituut voor volksgezondheid en milieu (RIVM) gevraagd onderzoek te doen naar de risico's voor de volksgezondheid verbonden aan de aanwezigheid van die kleurstoffen in kleding en aanverwante artikelen. Het RIVM concludeerde dat deze risico's niet verwaarloosbaar zijn, waarbij de internationaal aanvaarde norm van 1 op 1 000 000 bij levenslange blootstelling, als te verwaarlozen risico werd gehanteerd.

Om bovengenoemde dringende volksgezondheidsredenen introduceerde de Warenwetregeling Azo-kleurstoffen, die op 1 augustus 1996 in werking trad, een handelsverbod van kleding, schoeisel en beddengoed die Azo-kleurstoffen bevatten welke kankerverwekkende, dan wel daarvan verdachte aromatische aminen kunnen vormen.

De regeling behelst een handelsverbod dat is gerechtvaardigd uit hoofde van de bescherming van de volksgezondheid, als bedoeld in artikel 36 van het Verdrag van de Europese Gemeenschappen. De inzake dit artikel tot stand gekomen jurisprudentie van het Hof van Justitie van de Europese Gemeenschappen, laat zien dat bij een succesvol beroep op artikel 36 de betrokken maatregel noodzakelijk en proportioneel dient te zijn. De noodzaak van de regeling is evident: zij beoogt de bevolking van Nederland te beschermen tegen blootstelling aan producten met kankerverwekkende eigenschappen.

De proportionaliteit van de maatregel blijkt uit het gegeven dat zojuist genoemde noodzaak tot bescherming niet op een andere, minder ingrijpende wijze kan worden gerealiseerd dan door een verbod bedoelde

producten te verhandelen. Daarbij is het handelsverbod beperkt tot die productgroepen die door het bevatten van de kleurstoffen in kwestie, een aangetoond onaanvaardbaar risico opleveren.

Deze regeling is gebaseerd op artikel 15, eerste lid, van de Warenwet. Genoemde bepaling biedt de mogelijkheid om indien het volksgezondheidsbelang een zodanige spoedige voorziening eist dat de totstandkoming van een algemene maatregel van bestuur niet kan worden afgewacht, de noodzakelijk geachte voorziening bij ministeriële regeling te treffen. Een dergelijke regeling heeft echter een tijdelijke werkingsduur. Volgens artikel 15, tweede lid, van de Warenwet vervalt de regeling namelijk een jaar nadat zij in werking is getreden dan wel indien een algemene maatregel van bestuur is vastgesteld ter vervanging van de regeling is vastgesteld, op het tijdstip van de inwerkingtreding van die maatregel. Bedoelde regeling kan eenmaal met ten hoogste een jaar worden verlengd. Dit is gebeurd bij regeling van 14 juli 1997 (Wijziging Warenwetregeling Azo-kleurstoffen), (Stcrt. 1997, 132).

Voorliggend besluit strekt tot een bedoelde vervanging van de Warenwetregeling Azo-kleurstoffen.

### **Artikelgewijs**

In artikel 2 worden de productgroepen genoemd waarop de regeling betrekking heeft. Het gaat hier om waren die in de regel langdurig in contact met het menselijk lichaam zijn maar niet per definitie rechtstreeks met de huid in aanraking komen. Deze keuze is gemaakt op basis van het gegeven dat blootstelling aan de bedoelde kleurstoffen zich ook kan voordoen bij het afwezig zijn van een dergelijk rechtstreeks huidcontact. Transpireren kan bijvoorbeeld uiteindelijk zorgdragen voor blootstelling van de huid aan bedoelde kleurstoffen, ook al is van een rechtstreeks contact van de huid met de waar in kwestie geen sprake. Derhalve dient bijvoorbeeld het begrip kleding ruim te worden geïnterpreteerd.

Zo vallen niet slechts ondergoed, blouses, overhemden, t-shirts en broeken onder deze besluit, maar tevens truien, pullovers, (over)jassen en colberts, alsmede hoeden, petten, caps en shawls en handschoenen.

In artikel 2, juncto artikel 3, eerste lid, wordt de verhandeling van kleding, beddengoed en schoeisel die Azo-kleurstoffen bevatten waaruit kankerverwekkende aromatische aminen kunnen worden gevormd, verboden. De aromatische aminen in kwestie worden limitatief opgesomd in de bij dit besluit behorende bijlage I.

De in de bijlage opgenomen verbindingen zijn alle door de Europese Commissie of door het Internationaal Agentschap voor Kankeronderzoek (IARC) van de Wereldgezondheidsorganisatie (WHO) als kankerverwekkend geclassificeerd omdat wetenschappelijk is vastgesteld dat ze bij mensen of proefdieren kanker kunnen veroorzaken.

In onderdeel c. van artikel 1 wordt een definitie van het begrip pigment gegeven. Kenmerken van een pigment zijn onder meer de onoplosbaarheid, de inertie en de geringe neiging om onder niet-geforceerde conditie de bedoelde aromatische aminen af te splitsen. Azo-kleurstoffen kunnen in een bepaalde vorm, bijvoorbeeld als metaalzout, als pigment worden beschouwd. In verband met deze kenmerken zijn in artikel 3, tweede lid, kleding, schoeisel en beddengoed die Azo-kleurstoffen uitsluitend in de vorm van een pigment bevatten, uitgezonderd van het in het voorliggende besluit, bepaalde handelsverbod.

Artikel 4, eerste lid, verwijst, met uitsluiting van andere methoden van onderzoek, naar bijlage II van dit besluit voor de vastgestelde methoden van onderzoek ter bepaling van de vraag of de bedoelde waren voldoen aan de eisen van dit besluit. Ingevolge het beginsel van wederzijdse

erkenning zoals dat voortvloeit uit de jurisprudentie van het Hof van Justitie van de Europese Gemeenschappen inzake het vrije verkeer van goederen, kunnen krachtens het tweede lid ook andere methoden worden toegepast voor kleding, schoeisel en beddengoed die binnen de Europese Unie of een staat die partij is bij de Overeenkomst betreffende de Europese Economische Ruimte, zijn geproduceerd en rechtmatig in de handel gebracht. Het moet daarbij gaan om methoden van onderzoek die van een gelijkwaardig niveau zijn, dat wil zeggen dat zij resultaten opleveren die vergelijkbaar zijn met die van de in de bijlage II beschreven methoden.

Artikel 5 voorziet in een zeer spoedige inwerkingtreding van het besluit. Dit is mogelijk daar het voorliggende besluit immers identiek is aan de Warenwetregeling Azo-kleurstoffen. Voor twee categorieën kleding, schoeisel en beddengoed, te weten tweedehands waren en waren uit herwonnen (wol)vezels, is een uitverkooptermijn voorzien in verband met de sterk verminderde risico's verbonden aan deze categorieën. Een dergelijk lange overgangstermijn wordt in dit verband ook gegeven voor kleding, schoeisel en beddengoed die de bedoelde kleurstoffen bevatten en die tevens persoonlijke beschermingsmiddelen zijn in de zin van artikel 1, onderdeel a, van het Warenwetbesluit persoonlijke beschermingsmiddelen. De hier bedoelde waren mogen nog tot 1 januari 2000 aan de consument worden afgeleverd. In meergenoemde Warenwetregeling was tevens voorzien in een uitverkooptermijn voor waren die vóór 1 augustus 1996 in de handel waren gebracht. Deze termijn liep af op 1 september 1997 en is derhalve niet overgenomen in het besluit.

In de onderstaande tabel wordt tenslotte als hulpmiddel voor het betrokken bedrijfsleven een niet-limitatief overzicht gegeven van de Azo-kleurstoffen die de in de bijlage I behorende bij het besluit, genoemde aromatische amines kunnen vormen. Uit de reactie van het Regulier Overleg Warenwet, is gebleken dat in het overzicht opgenomen in de toelichting van de Warenwetregeling Azo-kleurstoffen, een aantal kleurstoffen ten onrechte was opgenomen, daar zij de in bijlage I genoemde amines niet kunnen vormen. In het navolgende overzicht zijn deze kleurstoffen komen te vervallen.

**Indicatieve lijst van kleurstoffen waarvan het gebruik in kleding, schoeisel, beddengoed verboden is, omdat hieruit de in bijlage I behorende bij dit besluit genoemde, aromatische aminen gevormd kunnen worden.**

COLOUR INDEX (C.I.) GENERIEKE NAAM	COLOUR INDEX (C.I.) NUMMER	AROMATISCH AMINE <sup>1)</sup>
Acid Black 29		B
Acid Black 94	30336	B
Acid Black 209		T
Acid Orange 45	22195	B
Acid Red 24	16140	o-T
Acid Red 85	22245	B
Acid Red 114	23635	T
Acid Red 115	27200	o-A
Acid Red 128	24125	D
Acid Red 148	26665	o-A
Acid Red 158	20530	o-T
Acid Red 167		T
Acid Red 265	18129	o-T
Azoic Diazo Component 11	37085	C
Azoic Diazo Component 12	37105	2-A-4-N
Azoic Diazo Component 48	37235	D
Azoic Diazo Component 112 (= benzidine)	37225	- <sup>2)</sup>
Azoic Diazo Component 113	37230	T
Basic Brown 4	21010	2,4-T
Developer 14 (= Oxidation Base 20 = 2,4-T)	76035/6	- <sup>2)</sup>
Direct Black 4	30245	B
Direct Black 29	22580	B
Direct Black 38	30235	B
Direct Black 91	30400	D
Direct Black 154		T
Direct Blue 1	24410	D
Direct Blue 2	22590	B
Direct Blue 3	23705	T
Direct Blue 6	22610	B
Direct Blue 8	24140	D
Direct Blue 9	24155	D
Direct Blue 10	24340	D
Direct Blue 14	23850	T
Direct Blue 15	24400	D
Direct Blue 22	24280	D
Direct Blue 25	23790	T
Direct Blue 35	24145	D
Direct Blue 53	23860	T
Direct Blue 151	24175	D
Direct Blue 160		D
Direct Blue 173		D
Direct Blue 192		D
Direct Blue 201		D
Direct Blue 215	24415	D
Direct Brown 1	30045	B
Direct Brown 1:2	30110	B
Direct Brown 2	22311	B
Direct Brown 6	30140	B
Direct Brown 25	36030	B
Direct Brown 27	31725	B
Direct Brown 31	35660	B
Direct Brown 33	35520	B
Direct Brown 51	31710	B
Direct Brown 59	22345	B
Direct Brown 79	30056	B

COLOUR INDEX (C.I.) GENERIEKE NAAM	COLOUR INDEX (C.I.) NUMMER	AROMATISCH AMINE <sup>1)</sup>
Direct Brown 95	30145	B
Direct Brown 101	31740	B
Direct Brown 154	30120	B
Direct Brown 222	30368	T
Direct Green 1	30280	B
Direct Green 6	30295	B
Direct Green 8	30315	B
Direct Green 8:1		B
Direct Green 85	30387	T
Direct Orange 1	22370	B
Direct Orange 6	23375	T
Direct Orange 7	23380	T
Direct Orange 8	22130	B
Direct Orange 10	23370	T
Direct Orange 108	29173	o-T
Direct Red 1	22310	B
Direct Red 2	23500	T
Direct Red 7	24100	D
Direct Red 10	22145	B
Direct Red 13	22155	B
Direct Red 17	22150	B
Direct Red 21	23560	T
Direct Red 22	23565	T
Direct Red 28	22120	B
Direct Red 37	22240	B
Direct Red 39	23630	T
Direct Red 44	22500	B
Direct Red 46	23050	Dcb
Direct Red 62	29175	o-T
Direct Red 67	23505	T
Direct Violet 1	22570	B
Direct Violet 12	22550	B
Direct Violet 21	23520	T
Direct Violet 22	22480	B
Direct Yellow 1	22250	B
Direct Yellow 24	22010	B
Direct Yellow 48	23660	T

<sup>1</sup> Gehanteerde afkortingen:

AFKORTING	AMINE	CAS-NUMMER
o-A	o-aminoazotolueen	97-56-3
2-A-4-N	2-amino-4-nitrotolueen	99-55-8
B	benzidine	92-87-5
C	4-chloor-o-toluidine	95-69-2
D	3,3'-dimethoxybenzidine	119-90-4
Dcb	dichloorbenzidine	91-94-1
N	2-naftylamine	91-59-8
o-T	o-toluidine	95-53-4
T	3,3'-dimethylbenzidine	119-93-7
2,4-T	2,4-tolueendiamine	95-80-7

<sup>2</sup> Betreft kleurstof zelf.

## Bedrijfseffectentoets

### Categorieën en aantallen bedrijven

Zowel industrie als handel in de door dit besluit bestreken productgroepen kunnen worden geconfronteerd met bedrijfseffecten. Voor wat de industrie betreft, gaat het om de volgende categorieën bedrijven:

- Producenten van textiel en textielproducten voor zover het de vervaardiging van kleding en beddengoed betreft;

– Producenten van leer en lederwaren voor zover het de vervaardiging van schoeisel en kleding betreft.

Qua aantal ondernemingen is de genoemde textielsector veruit het grootst. Uitgaand van de ledenbestanden van de belangrijkste belangenorganisaties zoals de Fenecon (confectie-industrie) en de KRL (textielindustrie algemeen), is sprake van ongeveer 450 bedrijven met ongeveer 20 000 werknemers. In de genoemde leerindustriese sector is sprake van een 70-tal fabrieken met in totaal 2500 werknemers.

De handel in eerderbedoelde productgroepen betreft importeurs, postorderbedrijven, groothandel, grootwinkelbedrijven en detailhandel. De laatstgenoemde twee categorieën leveren voor wat betreft de aantallen verkooppunten en werknemers het overgrote aandeel in deze handelssector. Daarbij wordt opgemerkt dat veel grootwinkelbedrijven zelf importeur zijn. Hetzelfde geldt voor de postorderbedrijven.

Ook hier is de textiel de belangrijkste productgroep, kijkend naar aantallen ondernemingen en werknemers. Grootwinkelbedrijven en detailhandel tellen in totaal een 18 000 winkels, met ongeveer een 75 000 werknemers. (Bron: Mitex, Vereniging zelfstandige ondernemers modedetailhandel en VGTB, Vereniging grootwinkelbedrijf textiel).

Ook binnen de productgroep schoeisel wordt de kern van de activiteiten gevormd door de grootwinkelbedrijven en de (overige) detailhandel. Het totaal aantal verkooppunten bedraagt om en nabij de 3750, met een totaal van zo'n 16 000 werknemers. (Bron: Federatie Nederlandse schoenfabrikanten).

Er bestaat geen zekerheid over de vraag hoe groot het aandeel van de producten dat de bedoelde kleurstoffen bevat, precies is. Vermoedelijk gaat het hier slechts om een zeer gering percentage van het totale productaanbod dat onder het besluit valt. Zo is uit het eerder genoemde representatieve landelijke onderzoek van de Inspectie Gezondheidsbescherming (IGB) in 1995 gebleken dat ongeveer 5% van de onderzochte monsters de hier bedoelde Azo-kleurstoffen bevat. Ook van de zijde van het bedrijfsleven kunnen geen concretere cijfers worden verschaft. Aangenomen wordt echter dat het om een gering aandeel binnen het totaal van het productaanbod vallend onder deze besluit gaat. Onduidelijk is tevens of het daarbij om producten in het lage of hoge(re) prijssegment gaat.

#### *Kosten en baten*

Reeds in 1993 werd bekend dat de Duitse overheid aan wetgeving werkte welke qua inhoud nagenoeg identiek is aan het voorliggende besluit. Deze Duitse wetgeving is inmiddels per 1 april 1996 van kracht geworden. Ten gevolge van deze regelgeving heeft het Nederlands bedrijfsleven dat mede de Duitse markt bedient, reeds enige tijd geleden (1994) de nodige initiatieven genomen om op de ontwikkelingen in te spelen. Zo zijn nieuwe contractuele voorwaarden overeengekomen met leveranciers uit de ontwikkelingslanden, welke de leverancier ertoe verplichten slechts goederen te leveren welke vrij zijn van de in de Duitse wetgeving bedoelde Azo-kleurstoffen. Deze kleurstoffen zijn dezelfde als die welke verboden zijn ingevolge de voorliggende besluit. Waar nodig heeft dit geleid tot het zoeken en vinden van andere leveranciers en het laten uitvoeren van keuringen en monsternemingen om na te gaan of de leverancier zich wel aan de afspraken houdt.

Voor deze grote sector van het bedrijfsleven zal het besluit dan ook geen (verdere) meerkosten met zich meebrengen. Tot voor de consument merkbare prijsstijgingen hebben deze initiatieven niet of nauwelijks geleid. Zo blijkt de noodzaak tot het laten verrichten van monster-



nemingen en keuringen met het verloop van de tijd duidelijk te verminderen: afnemers en leveranciers zijn op een gegeven ogenblik gewend aan de nieuwe situatie.

Bovenaangegeven kosten zullen echter nieuw zijn voor importeurs die Duitsland niet tot hun afzetgebied rekenen en hun goederen voornamelijk betrekken van de kleine (en goedkope) industrieën uit ontwikkelingslanden. Dergelijke kleine industrieën betrekken hun verfstoffen en halffabrikaten her en der in vaak kleine hoeveelheden. Kwaliteit en samenstelling van deze producten wisselen sterk en zijn vaak de toepassers niet eens bekend (Bron: Centrum tot bevordering van de import uit ontwikkelingslanden, CBI). Van de zijde van de Vereniging Importeurs Verre Oosten, VIVO, wordt er op gewezen dat in een dergelijke situatie het laten verrichten van duur en frequent onderzoek van te leveren partijen absoluut nodig zal zijn om enige zekerheid te hebben over de samenstelling van de door deze industrieën geleverde producten. Aangegeven wordt dat dit zeker tot prijsstijgingen zal leiden. Ook hier is echter de verwachting legitiem dat de noodzaak tot het laten verrichten van onderzoeken na verloop van tijd zal verminderen. Daarbij kan worden gedacht aan een periode van ongeveer twee jaar. Alsdan zullen de leveranciers zich volledig hebben aangepast aan de nieuwe situatie. In feite dient in deze sector een inhaalslag te worden gepleegd. De aangegeven prijsstijgingen verschillen al naar gelang het product in kwestie en de handelswaarde daarvan, en varieert van enkele dubbeltjes tot enkele guldens.

In Nederland en de overige EU-landen worden de hier in het geding zijnde kleurstoffen als gevolg van Europese wetgeving al sinds geruime tijd niet meer toegepast bij de vervaardiging van de door het besluit bestreken productgroepen.

#### *Buitenland*

In Duitsland is sinds 1 april **1996** wetgeving van kracht geworden met een gelijke strekking als het voorliggende besluit. Inmiddels bestaat ook in Frankrijk en Denemarken het voornemen om tot wetgeving inzake de hier bedoelde Azo-kleurstoffen te komen. Ook in dat verband zal het gaan om regelgeving welke voorschriften stelt aan de verhandeling van producten die meergenoemde kleurstoffen bevatten. De Europese Commissie beraadt zich tevens over eventueel te treffen harmonisatiemaatregelen op dit terrein. Voor de volledigheid zij opgemerkt dat producten van buitenlandse ondernemingen die naar de Nederlandse markt gaan, vanzelfsprekend tevens aan de eisen van het voorliggende besluit dienen te voldoen.

Ingevolge het Warenwetbesluit uitvoer van waren, zullen de producten in kwestie wel (weder)uitgevoerd mogen worden indien door de verhandelaar/exporteur aannemelijk kan worden gemaakt dat deze producten op geen bezwaren stuiten bij de overheid van het ontvangende land en aldaar dus rechtmatig in het verkeer kunnen worden gebracht.

#### *Marktwerking*

Alle ondernemingen die producten welke onder de reikwijdte van het besluit vallen op de Nederlandse markt willen brengen, zullen de producteisen van het besluit in acht moeten nemen. Van ondernemerszijde is aangegeven dat ten gevolge van de eerdergenoemde Duitse wetgeving waartoe de initiatieven reeds in 1994 werden genomen, sinds geruime tijd reeds (contractuele) maatregelen worden getroffen om tot aanpassing van de producten in kwestie te komen; het betreft hier met name die handelssectoren welke Duitsland mede als afzetgebied hebben.

Van de zijde van de importeurs gericht op de import uit ontwikkelings-

landen is bekend dat een deel van deze importeurs uitsluitend de Nederlandse markt bedient. Dientengevolge zullen in deze sectoren naar verwachting de grootste inspanningen moeten worden geleverd om tot een tijdige aanpassing van het assortiment te kunnen komen. Daarbij speelt het vinden van leveranciers die consistent producten kunnen aanleveren waarin uitsluitend alternatieve kleurstoffen worden toegepast, een belangrijke rol. Eerder is reeds gewezen op de eventueel hiermee gepaard gaande kosten van door deze importeurs door hen zelf uit te voeren preventieve (steekproefsgewijze) keuringen van partijen. Naar verwachting zal deze problematiek voornamelijk van tijdelijke aard zijn.

Verwacht wordt dat binnen twee jaar leveranciers zich zodanig op de nieuwe leveringseisen hebben ingericht dat monsternemingen ten aanzien van de aanwezigheid van de hier bedoelde kleurstoffen slechts nog zeer sporadisch zullen plaats vinden.

### *Milieu*

De toxicologische eigenschappen van de vervangende kleurstoffen zijn bekend. Naar de huidige kennis en stand van de wetenschap beoordeeld, hebben deze stoffen minder milieubelastende effecten dan de kleurstoffen die ingevolge dit besluit niet langer zijn toegestaan.

Notificatie krachtens richtlijn 83/189/EEG van de Raad van de Europese Gemeenschappen van 28 maart 1983 betreffende een informatie-procedure op het gebied van normen en technische voorschriften (PbEG L109).

Het besluit is bij de Europese Commissie genotificeerd op 11 juli 1997 (notificatie 97/0363/NL). Naar aanleiding van deze notificatie zijn door de Commissie geen opmerkingen gemaakt die de noodzaak of proportionaliteit van het besluit betwisten. De Commissie was met name verheugd over de zogenaamde «wederzijdse erkenningsbepaling» opgenomen in artikel 4, tweede lid, van het ontwerp. Ingevolge deze bepaling worden methoden van onderzoek die vergelijkbare resultaten opleveren gelijkgesteld aan de in bijlage II van dit besluit, beschreven methoden van onderzoek, voor zover deze methoden zijn toegepast met betrekking tot waren die binnen een lid-staat van de Europese Unie zijn geproduceerd en aldaar rechtmatig in de handel zijn gebracht.

De opmerking van de Commissie dat deze wederzijdse erkenning zich tevens dient uit te strekken over de landen welke partij zijn bij de Overeenkomst betreffende de Europese Economische Ruimte, is verwerkt in artikel 4, tweede lid. De Commissie wijst tenslotte, zonder daar voor het ontwerp conclusies aan te verbinden, op haar voornemen tot harmonisatie van het gebied van Azo-kleurstoffen te komen.

Van Italië werd een mededeling ontvangen, waarin geen bezwaren werden aangevoerd tegen het besluit. Italië dringt bij de Commissie aan op geharmoniseerde maatregelen.

Het Verenigd Koninkrijk (VK) bracht een uitvoerige gemotiveerde mening uit, welke leidde tot een verlenging van de «stand-still»termijn tot 12 januari 1998. Het VK was van mening dat Nederland alvorens het besluit in werking te laten treden, eerst zou moeten wachten op de conclusies van het namens de Commissie uitgevoerde onderzoek naar de gevolgen van een Europees verbod inzake Azo-kleurstoffen voor de gehele textielsector. Het VK wijst in dat verband op de handelsbelemmerende effecten van eenzijdige acties van lid-staten op dit gebied, waaronder kostenverhogende effecten ten gevolge van in de praktijk noodzakelijke monsternemingen en testen. Het VK is tevens van mening dat strafrechtelijke sanctionering van ondernemers die het besluit overtreden geen goede zaak is, nu het hier naar de mening van het VK gaat om risico's die nog niet wetenschappelijk zijn vastgesteld. De

opmerkingen van Italië en het VK hebben geen aanleiding gegeven het besluit te wijzigen. Inmiddels heeft het door het VK gememoreerde in opdracht van de Commissie uitgevoerde onderzoek geresulteerd in een aantal ontwerp-rapporten. De Commissie beraadt zich thans tezamen met de lid-staten over te nemen harmoniserende maatregelen.

De Staatssecretaris van Volksgezondheid, Welzijn en Sport,  
E. G. Terpstra

**BEHORENDE BIJ ARTIKEL 1, ONDERDEEL A, VAN HET  
WARENWETBESLUIT AZO-KLEURSTOFFEN**

**Verbodlijst van aromatische aminen die vrij kunnen komen uit  
azokleurstoffen en die als kankerverwekkend geïnclassificeerd zijn  
of als zodanig beschouwd worden**

AROMATISCH AMINE	AFKORTING	CAS NR.
o-amino-azotolueen	O-A	97-56-3
4-aminodifenyyl		92-67-1
2-amino-4-nitrotolueen	2-A-4-N	99-55-8
benzidine	B	92-87-5
p-chlooraniline		106-47-8
4-chloor-o-toluidine	C	95-69-2
p-cresidine		120-71-8
2,4-diaminoanisol		615-05-4
4,4'-diaminodifenyylmethaan		101-77-9
3,3'-dichloorbenzidine	Dcb	91-94-1
3,3'-dimethoxybenzidine	D	119-90-4
3,3'-dimethylbenzidine	T	119-93-7
3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenyylmethaan		838-88-0
4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)		101-14-4
2-naftylamine	N	91-59-8
4,4'-oxydianiline		101-80-4
4,4'-thiodianiline		139-65-1
2,4-tolueendiamine	2,4-T	95-80-7
o-toluidine	o-T	95-53-4
2,4,5-trimethylaniline		137-17-7

**BEHORENDE BIJ ARTIKEL 4 VAN HET WARENWETBESLUIT  
AZO-KLEURSTOFFEN**

*Methoden van onderzoek voor de bepaling van verboden Azo-kleurstoffen in kleding, schoeisel en beddengoed*

**1. Onderwerp, doelstelling en toepassingsgebied**

Dit voorschrift beschrijft een chromatografische methode voor de bepaling van verboden azo-kleurstoffen, zoals bedoeld in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen, in kleding, beddengoed en schoeisel. De methode is geschikt voor azo-kleurstoffen die toegepast zijn op cellulose- en eiwitvezels (*katoen, viscose, wol en zijde*) en de synthetische vezel *polyamide*. De analyse van verboden azo-kleurstoffen die toegepast zijn op de synthetische vezels polyester en polyacryl vereist een alternatieve extractieprocedure met bijvoorbeeld dimethylformamide. Deze methode wordt hier niet verder besproken.

De analysemethode is van toepassing op azo-kleurstoffen die onder de beschreven condities in staat zijn de in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen genoemde aromatische aminen af te splitsen. Pigmenten op basis van die aromatische aminen vallen niet onder het toepassingsgebied van deze methode.

In kleurstoffen kunnen kleine hoeveelheden van de uitgangsstoffen als verontreiniging worden aangetroffen. Tevens kunnen bepaalde hier bedoelde aromatische aminen afsplitsen van componenten anders dan de verboden azo-kleurstoffen. Om vals positieven te voorkomen wordt voor alle in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen genoemde aromatische aminen een *ondergrens van 30 mg/kg* gehanteerd.

**2. Definitie****2.1. Verboden azo-kleurstoffen**

Kleurstoffen, waarvan de structuur wordt gekenmerkt door de aanwezigheid van een **azo-eenheid (-N=N-)**, die na reductie de hierna genoemde aromatische aminen afsplitsen.

Nr.	Aromatisch amine	CAS Nr.
1.	o-amino-azotolueen	97-56-3
2.	4-aminodifenyl	92-67-1
3.	2-amino-4-nitrotolueen	99-55-8
4.	benzidine	92-87-5
5.	p-chlooraniline	106-47-8
6.	4-chloor-o-toluidine	95-69-2
7.	p-cresidine	120-71-8
8.	2,4-diaminoanisol	615-05-4
9.	4,4'-diaminodifenylmethaan	101-77-9
10.	3,3'-dichloorbenzidine	91-94-1
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	119-90-4
12.	3,3'-dimethylbenzidine	119-93-7
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenylmethaan	838-88-0
14.	4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)	101-14-4
15.	2-naftylamine	91-59-8
16.	4,4'-oxydianiline	101-80-4
17.	4,4'-thiodianiline	139-65-1
18.	2,4-tolueendiamine	95-80-7
19.	o-toluidine	95-53-4
20.	2,4,5-trimethylaniline	137-17-7

Azo-kleurstoffen op basis van de aromatische aminen o-aminoazotolueen en 2-amino-4-nitrotolueen worden via deze methode als o-toluidine en 2,4-tolueendiamine bepaald.

## 2.2. Waren

Kleding, schoeisel en beddengoed.

## 2.3. Pigment

Een uit deeltjes bestaande, in het toepassingsmedium praktisch onoplosbare, verbinding, die als kleurstof wordt gebruikt. Pigmenten zijn inert en hebben altijd een bindmiddel nodig om aan het substraat te hechten.

## 3. Beginsel

Na extractie m.b.v. citraatbuffer (pH 6) wordt de vrijgekomen kleurstof met natriumdithioniet gereduceerd. De aanwezigheid van potentieel gevaarlijke azo-kleurstoffen wordt dus indirect vastgesteld via het aantonen van de «brokstukken» (verboden aromatische aminen) van de kleurstofmoleculen. De vrije aminen worden met vloeistofchromatografie (HPLC) gescheiden en gedetecteerd en *gekwantificeerd* met een diode-array detector (DAD). Positieve monsters worden tevens geanalyseerd met een bevestigingsmethode. Na extractie en reductie ondergaan de vrije aminen een derivatisering met heptafluorboterzuuranhydride (HFBA). De derivaten worden gescheiden met gaschromatografie (GC) en gedetecteerd en *geïdentificeerd* met een massaspectrometrische (MS) detector, n.l. een ion-trap detector (ITD). Met nadruk wordt gesteld, dat de kwantificering via de HPLC-DAD methode plaatsvindt. De GC-ITD analyse wordt uitsluitend als bevestigingsmethode toegepast.

## 4. Reagentia, oplossingen en hulpstoffen

Alle benodigde chemicaliën dienen analytisch zuiver te zijn.

4.1. Citraat bufferoplossing, 0.06 M, pH=6 (b.v. Merck, Art. 1.09437.1000);

4.2. Natriumdithioniet;

4.3. Natriumhydroxide, 1 M;

4.4. Dichloormethaan;

4.5. Natriumsulfaat, watervrij;

4.6. Fosfaat bufferoplossing, pH=7 (b.v. Merck, Art. 1.09887.0001);

4.7. Heptafluorboterzuuranhydride;

4.8. **Aminen**, de in het Warenwetbesluit genoemde aromatische aminen;

4.9. **Moederoplossingen van de aminen** (1.0 mg/ml):

– Weeg van de zuivere standaard tussen 10–15 mg in 15 ml bruine glazen flesjes met teflon afsluitdop en voeg m.b.v. een steekpipet die hoeveelheid acetonitril toe, zodat de concentratie van het betreffende amine precies 1.0 mg/ml wordt. (corrigeer hierbij voor de zuiverheid van de stoffen)

– Voor amine nr. 10 (*3,3'-dichloorbenzidine*) wordt vanwege de oplosbaarheid methanol i.p.v. acetonitril als oplosmiddel gebruikt.

– *Bewaar de oplossingen in een koelkast bij ten hoogste 7° C.*

*Houdbaarheid minimaal 2 maanden.*

4.10. **Mengstandaard** (15 aromatische aminen, concentratie 10.0 µg/ml):

De mengstandaard bevat amine nr. 18, 16, 4, 19, 9, 11, 12, 17, 15, 20, 2, 10 en 14 (elutievolgorde) en de niet in de wet opgenomen aromatische aminen aniline en o-anisidine.

– Breng m.b.v. een gecalibreerde injectiespuit (1000 µl) 1.0 ml van de moederoplossingen van de 15 aminen over in een maatkolf van 100 ml. Voeg vervolgens 10 ml acetonitril toe en vul de maatkolf aan met water.

- Bewaar deze oplossing in een koelkast bij ten hoogste 7° C.  
*Houdbaarheid 1 week.*
  - De overige aminen (nr. 7, 5, 13 en 6; elutievolgorde) coëlueren met één of meer aminen. Van deze verboden aromatische aminen worden op dezelfde wijze aparte standaarden bereid.
  - Vanwege de slechte oplosbaarheid in diverse oplosmiddelen van amine nr. 8 (*2,4-diaminoanisol*) is de hier beschreven methode niet toepasbaar voor deze component.
- 4.11. **Calibratiestandaarden van de mengstandaard** (0.5, 2.5 en 7.5 µg/ml):
- Breng m.b.v. een Finn pipet (1 of 5 ml) resp. 0.5, 2.5, en 7.5 ml van de mengstandaard in een maatkolf van 10 ml en vul aan met acetonitril/water (25/75% (v/v)).
  - De concentratie van de calibratiestandaarden komt met de hier beschreven methode overeen met een monsterconcentratie van respectievelijk 30, 150 en 450 mg amine per kg waar.
  - *Deze oplossingen dienen vers te worden bereid.*
- 4.12. Acetonitril, HPLC-kwaliteit;
- 4.13. Methanol, HPLC-kwaliteit.

## 5. Apparatuur en hulpmiddelen

- 5.1. 15 ml bruine glazen flesjes met teflon afsluitdop;
- 5.2. 100 ml rondbodemkolven met ingeslepen stop;
- 5.3. 25 ml reageerbuisen met ingeslepen stop;
- 5.4. Waterbad met thermostaat regeling;
- 5.5. Gecalibreerde injectiespuit van 100 en 1000 µl;
- 5.6. Finn pipet van 1 en 5 ml;
- 5.7. pH papier (pH: 1–14);
- 5.8. Vortex mixer;
- 5.9. Vloeistofchromatograaf met diode-array detectie;
- 5.10. Gaschromatograaf met massa selectieve detectie.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Monstervoorbereiding

- Knip een gedeelte van het te onderzoeken product, ca. 10 gram, welke representatief is voor het gehele artikel, in kleine stukjes van 25 mm<sup>2</sup>. Indien het monster uit meerdere kleurschakeringen of onderdelen bestaat, worden deze onderdelen afzonderlijk van elkaar opgewerkt.
- Weeg van het (sub)monster van ongeveer 10 gram, na menging, een representatief deel van 1 gram af en breng het analysemonster over in een rondbodemkolf van 250 ml.

### 6.2. Extractie

- Voeg aan de rondbodemkolf 100 ml citraatbufferoplossing (pH=6) toe en extraheer de kleurstoffen gedurende 30 minuten op een waterbad bij 70 ± 5° C.
- Voeg ongeveer 500 mg natriumdithioniet toe en verwarm de oplossing nogmaals gedurende 30 minuten op een waterbad bij 70 ± 5° C.
- Laat het extract snel afkoelen tot kamertemperatuur.
- Pipetteer 5 ml extract in een 25 ml reageerbuis met ingeslepen stop.
- Breng de pH van het extract op een waarde groter dan 9 (pH papier) m.b.v. natronloog (1M) en vul aan tot een volume van 10 ml met water.
- Voeg 15 ml dichloormethaan toe en extraheer (vloeistof-vloeistof extractie) gedurende 1 minuut.
- Verwijder vervolgens de bovenstaande waterfase (bijvoorbeeld met een Finn pipet van 5 ml).

### 6.3. Analyse m.b.v. vloeistofchromatografie en diode-array detectie

- Voeg 2.5 ml *keeper* (acetonitril/water 25/75% (v/v)) toe aan de dichloormethaanfractie in de reageerbuis.
- Damp m.b.v. een waterbad (50°C) de dichloormethaanfractie in tot een volume van ± 4 ml. Verhoog vervolgens de temperatuur van het waterbad tot 60°C en laat het extract verder indampen tot alle dichloormethaan uit de oplossing verdwenen is.
- Vul de resterende oplossing aan tot een eindvolume van 3 ml met acetonitril/water, 25/75% (v/v).
- Injecteer 20 µl in de vloeistofchromatograaf (HPLC-DAD).

### 6.4. Analyse m.b.v. gaschromatografie en massaspectrometrie

- Droog de dichloormethaanfractie (6.2) over watervrij natriumsulfaat.
- Pipetteer m.b.v. een Finn pipet 5 ml van de dichloormethaanfractie in een reageerbuis van 25 ml met ingeslepen stop.
- Voeg hieraan m.b.v. een injectiespuit (100 µl) 50 µl heptafluorboterzuuranhydride (HFBA) toe.
- Meng de oplossing m.b.v. een Vortex mixer en laat 5 minuten staan bij kamertemperatuur.
- Voeg aan de oplossing 5 ml fosfaatbufferoplossing (aangelegd met natronloog, 1M tot pH = 8 à 9) toe en schud deze oplossing gedurende 1 minuut (verwijderen overmaat HFBA).
- Verwijder de bovenstaande fosfaatbufferoplossing (bijvoorbeeld met een Finn pipet van 5 ml).
- Voeg 5 ml water toe en schud de oplossing nogmaals gedurende 1 minuut (uitwassen).
- Verwijder de bovenstaande waterlaag (bijvoorbeeld met een Finn pipet van 5 ml).
- Injecteer 1 µl van de dichloormethaanfractie in de gaschromatograaf (GC-ITD).

## 7. Instrumentatie

(De genoemde merken zijn indicatief.)

### 7.1. Vloeistofchromatografie

Kolom:	Inertsil 250x4.6 mm i.d. (5 µm), voorzien van een guard-kolom (10x4.6 mm);																		
Kolomtemperatuur:	25°C;																		
Mobiele fase:	Gradiënt, acetonitril/fosfaatbuffer (pH=7), flow = 1.0 ml.min <sup>-1</sup> ; <i>Gradiëntprogramma:</i>																		
	<table><thead><tr><th>Tijd (min)</th><th>A%</th><th>B%</th></tr></thead><tbody><tr><td>0</td><td>100</td><td>0</td></tr><tr><td>25</td><td>60</td><td>40</td></tr><tr><td>30</td><td>60</td><td>40</td></tr><tr><td>35</td><td>100</td><td>0</td></tr><tr><td>40</td><td>100</td><td>0</td></tr></tbody></table>	Tijd (min)	A%	B%	0	100	0	25	60	40	30	60	40	35	100	0	40	100	0
Tijd (min)	A%	B%																	
0	100	0																	
25	60	40																	
30	60	40																	
35	100	0																	
40	100	0																	

A = 25% acetonitril, 75% fosfaatbuffer (pH=7)/water (1:2)  
B = 100% acetonitril;

HPLC pomp:	Varian model 9010 gradiëntpomp;
Autosampler:	Gilson model 231 autoinjector, voorzien van een 20 µl injectieloop;
Detector:	Shimadzu model SPD-M6A diode-array detector, golflengtebereik 190–380 nm;
Dataverwerking:	Shimadzu UV/VIS/DAD werkstation, Class-MXA, SPD MXA software.



## 7.2. Gaschromatografie

Gaschromatograaf	: Varian Saturn II, ion-trap detector (GC-ITD);
Kolom	: Fused silica capillair, L = 25 m, i.d. = 0.22 mm;
Stationaire fase	: BPX5 (SGE), filmdikte = 0.25 µm;
Draaggas	: Helium, flow = 1 ml.min <sup>-1</sup> , voordruk = 30 psi;
Oventemperatuur	: 45°C (1) → 25°C/min → 180°C → 5°C/min → 280°C (10);
Injector	: Septum Programmable Injector, 45°C (0.1) → 180°C/min → 250°C;
Interface	: 270°C;
Manifold	: 230°C;
Ionisatietechniek	: Electron Impact (EI), 70 eV;
Massabereik	: Full-scan mode, 60–650 a.m.u.
Dataverwerking	: Saturn software.

## 8. Berekening

Voor het berekenen van de concentraties van de aangetroffen aromatische aminen wordt gebruik gemaakt van de detectorrespons (diode-array) in het HPLC-chromatogram bij die golflengte waarbij de betreffende aromatische aminen maximale UV-absorptie vertonen. Voor de aniline- en benzidine analoge-verbindingen is de UV-absorptie maximaal bij een golflengte van resp. 240 en 285 nm. De concentratie van het aromatische amine wordt uitgerekend met behulp van een calibratielij (3-punts calibratie), d.m.v. van lineaire regressie. De calibratielij wordt na elke injectie van de calibratieoplossingen opnieuw berekend. Teneinde de betrouwbaarheid van de metingen te waarborgen, dienen de concentraties van de aromatische aminen binnen het lineaire gebied van de calibratielij te vallen.

### Berekening van de concentratie van het aromatische amine:

$$C_{\text{amine}} = (C_{\text{calib}} * V_{\text{eind}} * V_{\text{extract}}) / (V_{\text{pipet}} * W_{\text{inweeg}})$$

waarin:

$C_{\text{amine}}$  = concentratie van het aromatische amine, in µg/g;

$C_{\text{calib}}$  = concentratie van het amine in de calibratieoplossing, in µg/ml;

$V_{\text{extract}}$  = volume van het extract (100 ml);

$V_{\text{pipet}}$  = volume van het in behandeling genomen extract (5 ml);

$W_{\text{inweeg}}$  = ingewogen gewicht van het analysemonster (1 gram).

$V_{\text{eind}}$  = eindvolume (3 ml)

*Vergelijking van de calibratielij (concentratie versus detectorrespons):*

$$y = Bx + A$$

waarin:

B = hellingshoek van de calibratielij;

A = intercept met de Y-as.

## 9. Bevestiging

### 9.1. Vloeistofchromatografie en diode-array detectie (HPLC-DAD)

De retentietijden van de pieken in het chromatogram van het analysemonster mogen niet meer dan 2 % afwijken van de pieken in het chromatogram van de calibratieoplossing. Het spectrum (200–380 nm) van de verbindingen in het analysemonster worden vergeleken met het spectrum (200–380 nm) uit de bibliotheek van de diode-array detector, na achtergrond correctie. De overeenkomst tussen het spectrum van de verbinding in het analysemonster en het spectrum uit de bibliotheek van de diode-array detector moet groter dan 95% zijn. Indien aan deze twee

voorwaarden is voldaan, komt een analysemonster in aanmerking voor bevestiging met gaschromatografie en massaselectieve detectie.

## 9.2. Gaschromatografie en massaspectrometrie (GC-ITD)

Voorwaarde is, dat standaard- en monsteroplossing onder dezelfde condities zijn gemeten.

De selectieve ion-chromatogrammen (**minimaal drie massa's**, met uitzondering van amine nr. 4 en 16, met ieder een signaal/ruisverhouding (S/R) van minimaal 3:1) van de standaardoplossing en monsteroplossing moeten overeenstemmen voor wat betreft retentietijd (< 0,5%), piekvorm en intensiteitsverhouding tussen de specifieke ionen, na achtergrond correctie. Voor de intensiteitsverhouding geldt hierbij het volgende criterium:

Bepaal de piekhoogten in de selectieve ion-chromatogrammen (van zowel standaard als monster) van de drie (of twee) karakteristieke massa's. Stel de piekhoogten in beide chromatogrammen van de massa met de hoogste S/R verhouding op 100%. Bereken vervolgens de relatieve piekhoogten (intensiteiten) van de overige karakteristieke massa's. Bereken per karakteristieke massa het verschil tussen de relatieve piekhoogte in het monster en de relatieve piekhoogte in de standaard en deel dit verschil door de hoogste van beide relatieve piekhoogten. Het verschil mag voor elke karakteristieke massa niet meer dan 25% bedragen. De karakteristieke massa's van de met heptafluorboterzuuranhydride gederivatiseerde aromatische aminen zijn in bijlage A weergegeven.

## 10. Kwaliteitsborging

### 10.1. HPLC-DAD analyse (kwantitatieve methode)

De uitvoering van de volledige analysemethode (extractie, reductie, opwerking en analyse) wordt gecontroleerd tijdens elke meetserie d.m.v. de analyse van een controlemonster. De meetresultaten worden vastgelegd op een controlekaart en op juistheid getoetst aan de hand van de gestelde criteria.

Als controlemonster wordt een shawl van 100% katoen (monster 1, bijlage C) gebruikt. In dit textielartikel zijn de aromatische aminen aniline, benzidine, o-toluidine, 3,3'-dimethoxybenzidine en 4-aminodifenyl aanwezig. Voor het toetsen van de analyseprocedure worden uitsluitend de gehalten van benzidine, o-toluidine en 3,3'-dimethoxybenzidine gebruikt. Voor het vaststellen van de waarschuwings- en actiegrenzen wordt uitgegaan van een  $RSD_R$  van 30%.

Tevens wordt tijdens elke meetserie een extract (citraatbufferoplossing), waaraan de aromatische aminen van de mengstandaard (15 componenten) zijn gespiked (niveau 30 mg/kg), voor analyse meegenomen. De recovery's van de afzonderlijke aminen moeten tussen 60 en 140% liggen, uitgezonderd 2-naftylamine. Tevens wordt geëist, dat de S/R verhouding op dit concentratieniveau minimaal 6:1 is.

Voor het vaststellen van de betrouwbaarheid van duplobepalingen wordt uitgegaan van een  $RSD_R$  van 30%. De meetwaarden van een onafhankelijke duplobepaling mogen niet meer verschillen dan  $22 * s_R$ .

Als rapportagegrens wordt voor elk afzonderlijk amine een waarde van 30 mg/kg gehanteerd. Verboden aromatische aminen met een gehalte lager dan 30 mg/kg worden niet meegenomen in de berekening van het totaalgehalte aan aminen (indien bijvoorbeeld meerdere aminen in het monster worden aangetroffen).

## 10.2. GC-ITD analyse (kwalitatieve methode)

Tijdens het bevestigen van een serie positieve monsters wordt altijd een extract (citraatbufferoplossing), waaraan de aromatische aminen van de mengstandaard (15 componenten) zijn gespiked (niveau 30 mg/kg), voor de GC-ITD analyse (inclusief derivatiseringsstap) meegenomen. Alle karakteristieke massa's van de 15 aromatische aminen moeten op dit concentratieniveau met een S/R verhouding van minimaal 10:1 bevestigd kunnen worden.

## 11. Rapportage

Voor de beslissing positief (afwijkend monster) of negatief (niet-afwijkend monster) geldt het volgende:

**$C_{\text{amine}} > 30$  mg/kg: positief, product voldoet niet aan het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen**

**$C_{\text{amine}} < 30$  mg/kg: negatief, product voldoet aan het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen**

$C_{\text{amine}}$  (in mg/kg) is de som van de gehalten van de aanwezige verboden aromatische aminen.

In het geval het gehalte van een verboden aromatisch amine minder dan de rapportagegrens bedraagt, wordt gerapporteerd «< 30 mg/kg».

## 12. Validatie

### 12.1. Lineariteit, aantoonbaarheids- en bepaalbaarheidsgrens

Het gemeten lineaire bereik van de diode-array detector is 10–1000 mg/kg voor de verboden aromatische aminen. De aantoonbaarheidsgrens is 10 mg/kg en de bepaalbaarheidsgrens is 20 mg/kg. Er wordt een rapportagegrens van 30 mg/kg aangehouden.

### 12.2. Terugvinding (recovery) en precisie (RSD<sub>r</sub>) onder herhaalbaarheidscondities

De recovery's voor de verschillende aromatische aminen werden bepaald, door (meng)standaarden van deze aminen toe te voegen op het concentratieniveau van 30, 100 en/of 1000 mg/kg aan 100 ml blanco citraatbuffer (pH=6) en tevens aan 100 ml extractievloeistof (citraatbuffer, pH=6), waaraan 1 gram blanco textielmatrix (resp. katoen/polyester, polyamide of zijde) is toegevoegd (n=10). De extracten met toevoegingen doorliepen vervolgens de volledige procedure, n.l. extractie, reductie, opwerking en analyse.

Het terugvindingspercentage (recovery) na toevoeging aan de blanco extractievloeistof varieert van 60 tot 105% met een relatieve standaardafwijking (RSD<sub>r</sub>) van 2–10%. Bij de toevoegingen aan de extractievloeistof waaraan textielmatrix is toegevoegd, varieert het terugvindingspercentage van 20 tot 90% met een RSD<sub>r</sub> van 2–20%. Deze lage recovery's zijn te wijten aan adsorptieverschijnselen van de aromatische aminen aan de textielmatrix. Een overzicht van de gemeten recovery's en precisie is in bijlage B weergegeven.

### 12.3. Herhaalbaarheid van de methode

De herhaalbaarheid van de volledige methode (extractie, reductie, opwerking en analyse), is bepaald door drie praktijkmonsters te analyseren (n=10) conform de beschreven procedure (zie bijlage C). De relatieve

standaardafwijking ( $RSD_r$ ) van de methode varieert hierbij, afhankelijk van het monster, de component en het concentratieniveau, van 5 tot 20%.

#### 12.4. *Reproduceerbaarheid van de methode*

De reproduceerbaarheid van de volledige methode (extractie, reductie, opwerking en analyse), is bepaald door één praktijkmonster te analyseren ( $n=6$ ) conform de beschreven procedure (zie bijlage D). De relatieve standaardafwijking ( $RSD_R$ ) van de methode varieert hierbij, afhankelijk van de component en het concentratieniveau, van 20 tot 30%.

### 13. **Opmerkingen**

- De hier beschreven methode is geschikt voor de bepaling van alle in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen genoemde aromatische aminen, uitgezonderd 2,4-diaminoanisol.
- Voor het aromatische amine 2-naftylamine is de recovery op het concentratieniveau van 30 mg/kg minder dan 60%. Deze component vormt zodoende een uitzondering v.w.b. de eis dat de waarde van de recovery tussen 60 en 140% moet liggen.
- Indien een monster uit onderscheidbare onderdelen bestaat, dienen deze verschillende onderdelen als apart monster te worden beschouwd. Deze submonsters dienen ieder te voldoen aan de in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen gestelde eisen.
- Op basis van de hier beschreven methode, dient een rapportagegrens van 30 mg/kg voor de in het Warenwetbesluit genoemde aromatische aminen gehanteerd te worden.
- Indien de som van de gehalten van de aanwezige verboden aromatische aminen meer dan 30 mg/kg bedraagt, voldoet het product niet aan de in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen gestelde eisen.
- Waren waarin de verboden azo-kleurstoffen uitsluitend aanwezig zijn als pigment, worden voor zover bekend onder de beschreven condities niet omgezet in de verboden aromatische aminen zoals genoemd in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen.
- De aromatische aminen zoals genoemd in het Warenwetbesluit Azo-kleurstoffen behoren tot de groep verbindingen, waarvan vaststaat of vermoed wordt dat ze bij de mens (blaas)kanker veroorzaken. Het werken met dergelijke verbindingen vereist de nodige voorzorgsmaatregelen (zuurkast, handschoenen, e.d.).

**BIJLAGE A**

Lijst van karakteristieke massafragmenten van de met heptafluorboterzuuranhydride gederivatiseerde aromatische aminen voor identificatie en bevestiging met de GC-ITD.

Nr.	HFBA-derivaat aromatisch amine	m <sub>1</sub> (m/z)	m <sub>2</sub> (m/z)	m <sub>3</sub> (m/z)
1.	<i>o</i> -amino-azotolueen	91	302	421
2.	4-aminodifenyl	365	168	141
3.	2-amino-4-nitrotolueen	331	301	179
4.	benzidine	576	379	
5.	<i>p</i> -chlooraniline	126	323	154
6.	4-chloor- <i>o</i> -toluidine	168	140	337
7.	<i>p</i> -cresidine	333	149	164
8.	2,4-diaminoanisol	530	346	515
9.	4,4'-diaminodifenylmethaan	132	590	393
10.	3,3'-dichloorbenzidine	609	447	645
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	637	452	214
12.	3,3'-dimethylbenzidine	604	407	435
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenylmethaan	146	618	316
14.	4,4'-methylene-bis-(2-chlooraniline)	300	624	166
15.	2-naftylamine	339	115	142
16.	4,4'-oxydianiline	592	395	
17.	4,4'-thiodianiline	608	439	411
18.	2,4-tolueendiamine	345	514	317
19.	<i>o</i> -toluidine	314	303	106
20.	2,4,5-trimethylaniline	162	331	134
22.	<i>o</i> -anisidine	319	150	135
24.	aniline	120	92	289

## – Recovery aromatische aminen

Tabel 1

Recovery en relatieve standaardafwijking (RSD, in %, n=10,) onder herhaalbaarheidscondities van aromatische aminen gespiked aan de blanco extractievloeistof (citraatbuffer, pH=6).

Nr.	Aromatisch amine	30 mg/kg	100 mg/kg	1000 mg/kg
2.	4-aminodifenyl	88.5 (7.5)	86.8 (7.5)	91.6 (2.2)
4.	benzidine	85.9 (5.8)	84.3 (7.3)	71.6 (6.1)
5.	p-chlooraniline			
6.	4-chloor-o-toluidine			
7.	p-cresidine			
9.	4,4'-diaminodifenylmethaan	89.7 (2.7)	85.2 (7.3)	67.2 (4.8)
10.	3,3'-dichloorbenzidine		92.6 (9.4)	97.7 (5.2)
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	99.0 (8.6)	88.6 (9.8)	93.6 (5.7)
12.	3,3'-dimethylbenzidine	98.2 (3.6)	93.7 (6.9)	89.7 (2.5)
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenylmethaan			
14.	4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)		99.2 (5.7)	104.9 (3.7)
15.	2-naftylamine	39.0 (17.6)	58.1 (24.2)	86.2 (3.4)
16.	4,4'-oxydianiline	81.8 (3.4)	77.5 (7.2)	59.2 (5.9)
17.	4,4'-thiodianiline	92.0 (6.7)	86.3 (6.8)	87.2 (3.0)
18.	2,4-tolueendiamine	68.2 (5.6)	68.0 (9.6)	72.8 (4.1)
19.	o-toluidine	91.8 (2.3)	85.6 (7.7)	88.9 (2.6)
20.	2,4,5-trimethylaniline	88.3 (6.0)	85.1 (6.0)	82.4 (2.5)
22.	o-anisidine	96.3 (6.5)	102.8(10.2)	91.9 (2.2)
24.	aniline	86.2 (2.9)	82.7 (7.1)	80.8 (2.4)

Tabel 2 (vervolg)

Recovery en relatieve standaardafwijking (RSD, in %, n=10) onder herhaalbaarheidscondities van aromatische aminen gespiked aan de extractievloeistof (citraatbuffer, pH=6) waaraan 1 gram blanco **textielmatrix (katoen/polyester)** is toegevoegd.

Nr.	Aromatisch amine	30 mg/kg	1000 mg/kg
2.	4-aminodifenyl	66.1 (5.6)	73.2 (2.0)
4.	benzidine	62.5 (7.7)	56.4 (3.2)
5.	p-chlooraniline	80.1 (2.8)	83.0 (3.2)
6.	4-chloor-o-toluidine	81.6 (3.5)	81.4 (2.2)
7.	p-cresidine	66.7 (6.7)	80.2 (2.0)
9.	4,4'-diaminodifenylmethaan	55.5 (4.3)	48.8 (4.9)
10.	3,3'-dichloorbenzidine	41.7 (17.0)	63.3 (2.5)
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	68.5 (12.3)	75.5 (6.4)
12.	3,3'-dimethylbenzidine	68.6 (4.7)	78.4 (2.2)
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenylmethaan	23.5 (11.4)	37.6 (3.2)
14.	4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)	76.3 (5.0)	84.9 (3.9)
15.	2-naftylamine	32.2 (17.9)	70.1 (2.8)
16.	4,4'-oxydianiline	62.0 (6.7)	43.2 (4.6)
17.	4,4'-thiodianiline	70.6 (5.4)	74.1 (2.5)
18.	2,4-tolueendiamine	33.2 (18.2)	50.5 (3.6)
19.	o-toluidine	87.2 (3.2)	83.1 (2.1)
20.	2,4,5-trimethylaniline	75.3 (5.2)	72.1 (2.3)
22.	o-anisidine	90.1 (2.8)	83.7 (2.0)
24.	aniline	86.9 (2.9)	72.2 (2.0)

### Tabel 3 (vervolg)

Recovery en relatieve standaardafwijking (RSD, in %, n=10) onder herhaalbaarheidscondities van aromatische aminen gespiked aan de extractievloeistof (citraatbuffer, pH=6) waaraan 1 gram blanco **textielmatrix (polyamide)** is toegevoegd.

Nr.	Aromatisch amine	30 mg/kg
2.	4-aminodifenyyl	21.5 (7.6)
4.	benzidine	49.5 (6.7)
5.	p-chlooraniline	
6.	4-chloor-o-toluidine	
7.	p-cresidine	
9.	4,4'-diaminodifenyylmethaan	56.7 (5.1)
10.	3,3'-dichloorbenzidine	
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	58.1 (17.5)
12.	3,3'-dimethylbenzidine	39.0 (5.5)
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenyylmethaan	
14.	4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)	
15.	2-naftylamine	16.8 (53.7)
16.	4,4'-oxydianiline	58.3 (5.0)
17.	4,4'-thiodianiline	29.6 (10.2)
18.	2,4-tolueendiamine	74.2 (5.0)
19.	o-toluidine	83.1 (5.4)
20.	2,4,5-trimethylaniline	58.5 (8.9)
22.	o-anisidine	88.1 (3.9)
24.	aniline	86.7 (4.5)

### Tabel 4 (vervolg)

Recovery en relatieve standaardafwijking (RSD, in %, n=10) onder herhaalbaarheidscondities van aromatische aminen gespiked aan de extractievloeistof (citraatbuffer, pH=6) waaraan 1 gram blanco **textielmatrix (zijde)** is toegevoegd.

Nr.	Aromatisch amine	30 mg/kg
2.	4-aminodifenyyl	46.0 (3.7)
4.	benzidine	65.8 (6.6)
5.	p-chlooraniline	
6.	4-chloor-o-toluidine	
7.	p-cresidine	
9.	4,4'-diaminodifenyylmethaan	62.2 (6.9)
10.	3,3'-dichloorbenzidine	19.3 (21.6)
11.	3,3'-dimethoxybenzidine	
12.	3,3'-dimethylbenzidine	64.7 (3.6)
13.	3,3'-dimethyl-4,4'-diaminodifenyylmethaan	
14.	4,4'-methyleen-bis-(2-chlooraniline)	
15.	2-naftylamine	
16.	4,4'-oxydianiline	57.4 (9.1)
17.	4,4'-thiodianiline	44.4 (8.6)
18.	2,4-tolueendiamine	70.2 (8.6)
19.	o-toluidine	83.9 (5.6)
20.	2,4,5-trimethylaniline	71.8 (8.8)
22.	o-anisidine	88.1 (5.4)
24.	aniline	

– Herhaalbaarheidsonderzoek met praktijkmonsters

**Tabel 1**

*Herhaalbaarheidsonderzoek (n=10) met monster 1 (shawl, samenstelling: katoen, kleur: zwart/grijs)*

Nr. Aromatisch amine	gehalte [mg/kg]	s (RSD <sub>r</sub> )
2. 4-aminodifenyyl	5.1	1.0 (18.7)
4. benzidine	88.5	13.6 (15.3)
11. 3,3'-dimethoxybenzidine	80.7	4.0 (5.0)
19. o-toluidine	25.8	3.0 (11.7)
24. aniline	57.3	8.6 (15.1)

**Tabel 2**

*Herhaalbaarheidsonderzoek (n=10) met monster 2 (overhemd, samenstelling: katoen, kleur: rood)*

Nr. Aromatisch amine	gehalte [mg/kg]	s (RSD <sub>r</sub> )
4. benzidine	5847	424 (7.3)
24. aniline	1089	98 (9.0)

**Tabel 3**

*Herhaalbaarheidsonderzoek (n=10) met monster 3 (broek, samenstelling: katoen, kleur: zwart/geel)*

Nr. Aromatisch amine	gehalte [mg/kg]	s (RSD <sub>r</sub> )
18. 2,4-tolueendiamine	13.4	2.2 (16.4)



**Tabel 1**

*Reproduceerbaarheidsonderzoek (n=6) met monster 1 (shawl, samenstelling: katoen, kleur: zwart/grijs)*

<b>Nr. Aromatisch amine</b>	<b>gehalte [mg/kg]</b>	<b>s (RSD<sub>R</sub>)</b>
2. 4-aminodifenyyl	6.4	1.8 (28.3)
4. benzidine	101	17.6 (17.4)
11. 3,3'-dimethoxybenzidine	88.5	22.8 (25.7)
19. o-toluidine	25.7	7.4 (28.9)
24. aniline	62.3	11.4 (18.3)