

Objets usuels en matières plastiques

Chapitre élaboré par la sous-commission 18
(actuellement groupe d'experts polymères)

Dr. V. DUDLER, Office fédéral de la santé publique, Berne (Président, depuis 1999)
Dr. M. SCHÜPBACH, Office féd. de la santé publique, Berne (Président, jusqu'en 1999)
H. BEUGGERT, Laboratoire cantonal, Zurich (jusqu'en 2001)
O. BLASER, Office fédéral de la santé publique, Berne
Dr. P. FINK, Prof., Laboratoire fédéral d'essai des matériaux, St-Gall (jusqu'en 1991)
Dr. E. FLÜCKIGER, Köniz (jusqu'en 1999)
Dr. D. IMHOF, Laboratoire cantonal, Zürich (depuis 2001)
Dr. Z. HARMATI, Laboratoire fédéral d'essai des matériaux, St-Gall (depuis 1991)
Dr. H. HORNISCH, Ciba-Geigy, Bâle (jusqu'en 1999)
Dr. S. KHIM-HEANG, Laboratoire cantonal, Genève (depuis 1996)
Dr. R. LEIMGRUBER, RCC, Itingen (depuis 2000)
Dr. H. MÄNDLI, Labor Veritas, Zürich (depuis 2000)
Dr. B. MAREK (†), Muri (jusqu'en 1993)
Dr. E. MARTIN, Laboratoire cantonal, Genève (jusqu'en 1996)
Dr. K. RIEDER, Laboratoire cantonal, Berne (jusqu'en 1999)
U. WIETSCHORKE, RCC, Itingen (jusqu'en 2000)

Publié en novembre 1998
Complété en 2001 (programmes informatiques)

Objets usuels en matières plastiques

TABLE DES MATIÈRES

Définition

Indications quant à la marche à suivre de l'examen et directives pour l'appréciation

- 1 Dispositions légales
- 2 Examen de la composition
- 3 Examen à l'emploi
- 3.1 Transfert de substances odorantes et sapides
- 3.2 Migration globale
- 3.3 Migration spécifique

Méthodes d'analyse

- 1 Schéma de l'analyse
- 2 Identification des matières plastiques par des méthodes d'estimation simples
- 2.1 Caractéristiques typiques pour l'identification des matières plastiques courantes
- 2.2 Identification par spectroscopie infrarouge
- 3 Transfert de substances odorantes et sapides dans les simulants ou les denrées alimentaires
- 4 Migration
- 4.1 Règles d'ordre général pour déceler la migration dans les simulants de denrées alimentaires
- 4.1.1 Simulants de denrées alimentaires
- 4.1.2 Conditions d'essai (temps et température)
- 4.1.3 Indications d'ordre général pour le contrôle du respect des valeurs limites de migration
- 4.2 Migration globale
- 4.2.1 Méthode informative pour le dosage de la migration globale au moyen d'éthanol comme simulant de denrées alimentaires grasses
- 4.2.2 Dosage par des méthodes standard de la masse totale de migration dans les simulants de denrées alimentaires
 - par immersion totale
 - au moyen d'une cellule de migration
 - au moyen d'un sachet en la matière à analyser ("pouch")
 - par remplissage
 - dans des cas particuliers

- 4.3 Migration spécifique
- 4.3.1 Dosage de la migration spécifique par des méthodes standard (prEN, EN/SN, BCR)
- 4.3.2 Prediction of specific migration from packaging material into food (computer program)
- 4.3.3 Calculation program of the diffusion coefficient from experimental data (computer program)

Définition

Le domaine traité dans le présent chapitre comprend les objets définis dans l'Ordonnance sur les objets usuels constitués totalement ou partiellement de matières plastiques; il s'agit de matériaux et objets, ainsi que de parties d'objets qui

1. sont entièrement constitués de matières plastiques ou
2. sont composés de deux ou plusieurs couches, dont chacune est constituée exclusivement de matière plastique, et qui sont reliées entre elles par des adhésifs ou par tout autre moyen
3. sont composés de deux ou plusieurs couches, dont celle qui entre en contact avec la denrée alimentaire est constituée de matière plastique, et qui sont reliées entre elles par des adhésifs ou par tout autre moyen

qui, en outre, à l'état de produits finis, sont destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Ne sont pas considérés dans ce chapitre les substances utilisées comme couverture et les matériaux de revêtement (p. ex. pour le fromage, les produits à base de viande et de charcuterie) qui forment un tout avec la denrée alimentaire et sont susceptibles d'être consommés avec elle.

Par matière plastique, on entend tout composé macromoléculaire obtenu par polymérisation, polycondensation, polyaddition ou autre procédé analogue, à partir de monomères de faible poids moléculaire, comme aussi par une modification chimique de macromolécules naturelles. En outre sont considérés comme matières plastiques les silicones et autres composés macromoléculaires analogues. A ces composés macromoléculaires peuvent être ajoutées d'autres substances ou préparations.

Ne sont pas considérés comme matières plastiques

1. les pellicules de cellulose régénérée, enduites ou non de laque, au sens de la directive 93/10/CEE (1);
2. les élastomères et le caoutchouc naturel ou synthétique;
3. le papier et le carton, même s'ils sont modifiés par adjonction de matière plastique (voir à ce propos le chapitre 47A MSDA);
4. les matières servant de couverture constituées de
 - cire de paraffine, y compris la cire de paraffine synthétique et/ou la cire microcristalline
 - mélanges des cires de paraffine ci-dessus entre elles et/ou avec de la cire microcristalline
 - mélanges des cires de paraffine ci-dessus entre elles et/ou avec une matière plastique;
5. les résines échangeuses d'ions.

Indications quant à la marche à suivre de l'examen et directives pour l'appréciation

La documentation ci-après est nécessaire à l'appréciation d'un objet usuel en matière plastique destiné à une utilisation bien définie, au sens de ce chapitre:

- La composition chimique exacte de tous les constituants (p. ex. sur la base du questionnaire pour les fabricants et les manufacturiers de matières plastiques)
- Les résultats d'un examen à l'emploi, dont l'ampleur dépend de l'utilisation prévue.

1 Dispositions légales

- Loi fédérale sur les denrées alimentaires et les objets usuels (Loi sur les denrées alimentaires, LDA)
- Ordonnance sur les objets usuels (OUs)
- Ordonnance sur les matériaux et objets en matière plastique (Ordonnance sur les matières plastiques, OPla)
- Ordonnance sur le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires et d'objets usuels (Ordonnance sur le prélèvement d'échantillons, OPE)

2 Examen de la composition

Afin de gagner du temps lors de l'examen à l'emploi et de l'appréciation du point de vue sanitaire, les fabricants et les manufacturiers de matières plastiques peuvent être tenus de fournir des indications détaillées sur la composition et la manufacture de leurs produits. Ces renseignements doivent être donnés sur demande.

A cette fin, les questionnaires mis à disposition par l'Office fédéral de la santé publique (OFSP) peuvent être utilisés.

Le questionnaire destiné aux fabricants (questionnaire H) sert à l'examen de la composition d'une matière plastique eu égard aux dispositions en vigueur.

Le questionnaire destiné aux manufacturiers (questionnaire V) sert à fournir des informations sur les conditions du traitement d'une matière plastique et sur d'éventuelles adjonctions lors de l'élaboration du produit fini.

Toutes les substances mentionnées dans le questionnaire doivent être déclarées par leur dénomination chimique, de même que, selon les possibilités, par leur numéro PM/REF¹ et

¹ PM/REF-Nr.: EU Packing Material Reference Number; Synoptic Document of "Commission of the European Communities Directorate General III"

leur numéro CAS². Les dénominations commerciales ou de fantaisie, ainsi que les informations d'ordre général sur les caractéristiques du produit, la fonction ou la catégorie des matières (p. ex. résine polyester, catalyseur amine, phosphite) ne suffisent pas à l'appréciation.

Si des mélanges de matières plastiques sont utilisés, les fabricants de chaque constituant peuvent être tenus d'en indiquer confidentiellement la composition au moyen du questionnaire F.

3 Examen à l'emploi

Cet examen sert à déterminer la quantité de matière susceptible de pénétrer dans la denrée alimentaire à partir de l'objet usuel. Les méthodes d'examen décrites dans ce chapitre se rapportent aux produits finis, qui ne subiront ni manufacture ni traitement ultérieurs jusqu'à l'utilisation à laquelle ils sont destinés.

L'examen et l'appréciation d'un produit de départ destiné à diverses formes de manufacture n'excluent pas l'examen de l'objet usuel fini qui en résulte.

L'examen à l'emploi n'est généralement pas effectué au moyen des denrées alimentaires destinées à entrer en contact avec la matière plastique, mais à l'aide des simulants de denrées alimentaires, sous des conditions standard. Ces conditions d'essai suffisent également pour des périodes d'entreposage de plusieurs mois, telles qu'elles se rencontrent dans la pratique. En revanche, si les conditions de l'emploi effectif s'écartent notablement des conditions standard (p. ex. en ce qui concerne la durée, la température, la surface de contact), il y a lieu d'adapter les conditions d'essai de manière adéquate. Dans le cas où seule une face d'une feuille constituée de plusieurs couches entre en contact avec les denrées alimentaires, tous les dosages de migration doivent être effectués avec ce côté seulement.

3.1 Transfert de substances odorantes et sapides

L'objet usuel ne doit en aucun cas altérer l'odeur ou la saveur de la denrée alimentaire. L'examen organoleptique est effectué selon la méthode décrite dans ce chapitre (voir 3.3) ou selon DIN 10951/10955 (3).

² CAS-Nr.: Chemical Abstract Service Number

3.2 Migration globale

La migration globale comprend la quantité totale des substances qui passent de l'objet usuel dans la denrée alimentaire.

La quantité de la migration globale est limitée. Les objets usuels en matières plastiques ne doivent pas céder à la denrée alimentaire plus de 10 mg de leurs constituants par décimètre carré (mg/dm^2) de leur surface (valeur limite de la migration globale). Pour les cas suivants, cette valeur limite s'élève toutefois à 60 mg de substance par kilogramme de denrée alimentaire (mg/kg):

1. les objets usuels remplissables d'une capacité d'au moins 500 ml et de 10 litres au maximum;
2. les objets usuels remplissables pour lesquels l'estimation de la surface entrant en contact avec les denrées alimentaires est impossible;
3. les couvercles, anneaux d'étanchéité, bouchons et autres fermetures.

Etant donné que la migration globale consiste en de nombreuses substances chimiquement très différentes, un dosage direct dans la denrée alimentaire est, dans la plupart des cas, très onéreux. La migration globale est dosée sous les conditions décrites à l'alinéa 4.1. Fréquemment, un objet usuel peut déjà être apprécié sur la base des résultats d'un test alternatif (voir p. ex. alinéa 4.2.1).

3.3 Migration spécifique

Par migration spécifique, on entend la quantité d'une substance chimiquement définie, cédée par l'objet usuel à la denrée alimentaire sous les conditions d'essai. Des tests de migration spécifique sont effectués lorsque l'on peut admettre qu'une substance déterminée est susceptible de migrer en quantité inacceptable du point de vue toxicologique.

La masse de migration d'une substance spécifique doit être exprimée en mg/kg , par rapport à la denrée alimentaire ou au simulant. Dans les cas ci-après, elle doit être exprimée en mg/dm^2 , par rapport à la surface de l'objet entrant en contact avec la denrée alimentaire ou le simulant:

1. objets usuels remplissables, d'une capacité inférieure à 500 ml ou supérieure à 10 litres;
2. plaques, feuilles et autres objets usuels non remplissables, respectivement ceux dont le rapport entre la surface de l'objet usuel et la quantité de la denrée alimentaire qui entrent en contact ne peut être estimé.

En pareils cas, les valeurs limites spécifiques de migration exprimées en mg/kg dans l'OPIa doivent être divisées par 6 pour être converties en mg/dm^2 .

L'examen décrit ci-dessus ayant pour objet le respect des valeurs limites de migration n'est pas exigé de manière contraignante lorsque la valeur de la migration globale obtenue selon le paragraphe 3.2 laisse présumer qu'aucune des valeurs limites de migration spécifique n'est dépassée.

Le respect d'une valeur limite de migration spécifique peut aussi être estimé par un calcul, en partant d'un transfert total (100%) dans la denrée alimentaire de la quantité de la substance utilisée dans l'objet usuel et tenant compte de la quantité résiduelle (p. ex. quantité restante de monomères) de cette substance.

La migration spécifique est dosée d'après la méthode décrite au paragraphe 4.3.

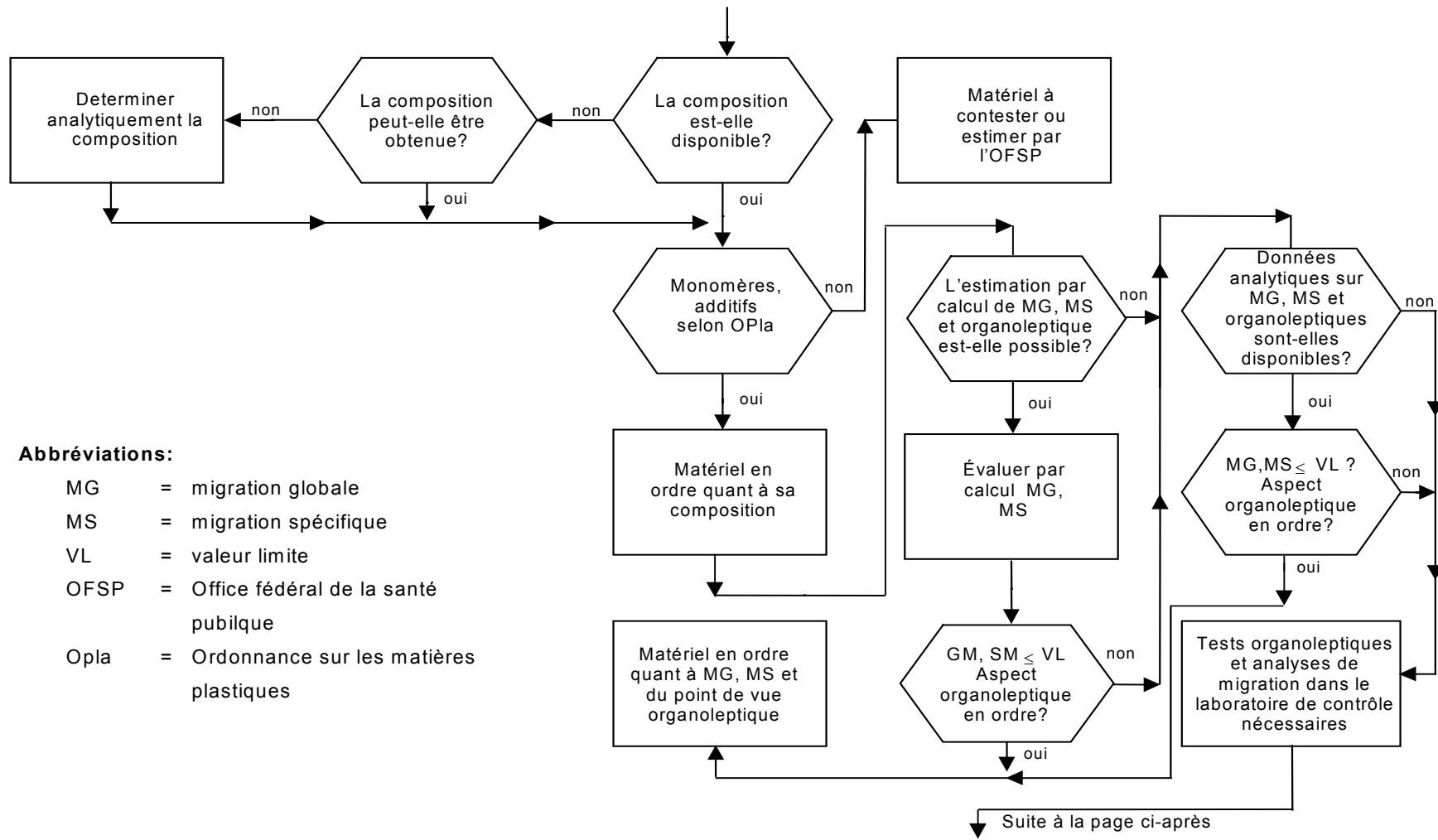
BIBLIOGRAPHIE

1. *Directive de la Commission 93/10 CEE* du 15.03.1993 (Journal officiel des Communautés européennes L 93/27 du 17.04.).
2. *Synoptic Document* (version en vigueur); Commission of the European Communities Directorate General III.
3. *Deutsche Industrienormen DIN 10951/10955*, Beuth Verlag Berlin/Köln.
4. *Franck R.*: Kunststoffe im Lebensmittelverkehr; Carl Heymanns Verlag; Köln/Berlin/Bonn/München.
5. *"Practical Guide"* (version en vigueur); Commission of the European Communities, Directorate General III.
6. *van Battum D. and van Lierop J.B.H.*: Testing of food contact materials in the Netherlands. *Food Additives and Contaminants* **5**, 381 - 395 (1988).

Méthodes d'analyse

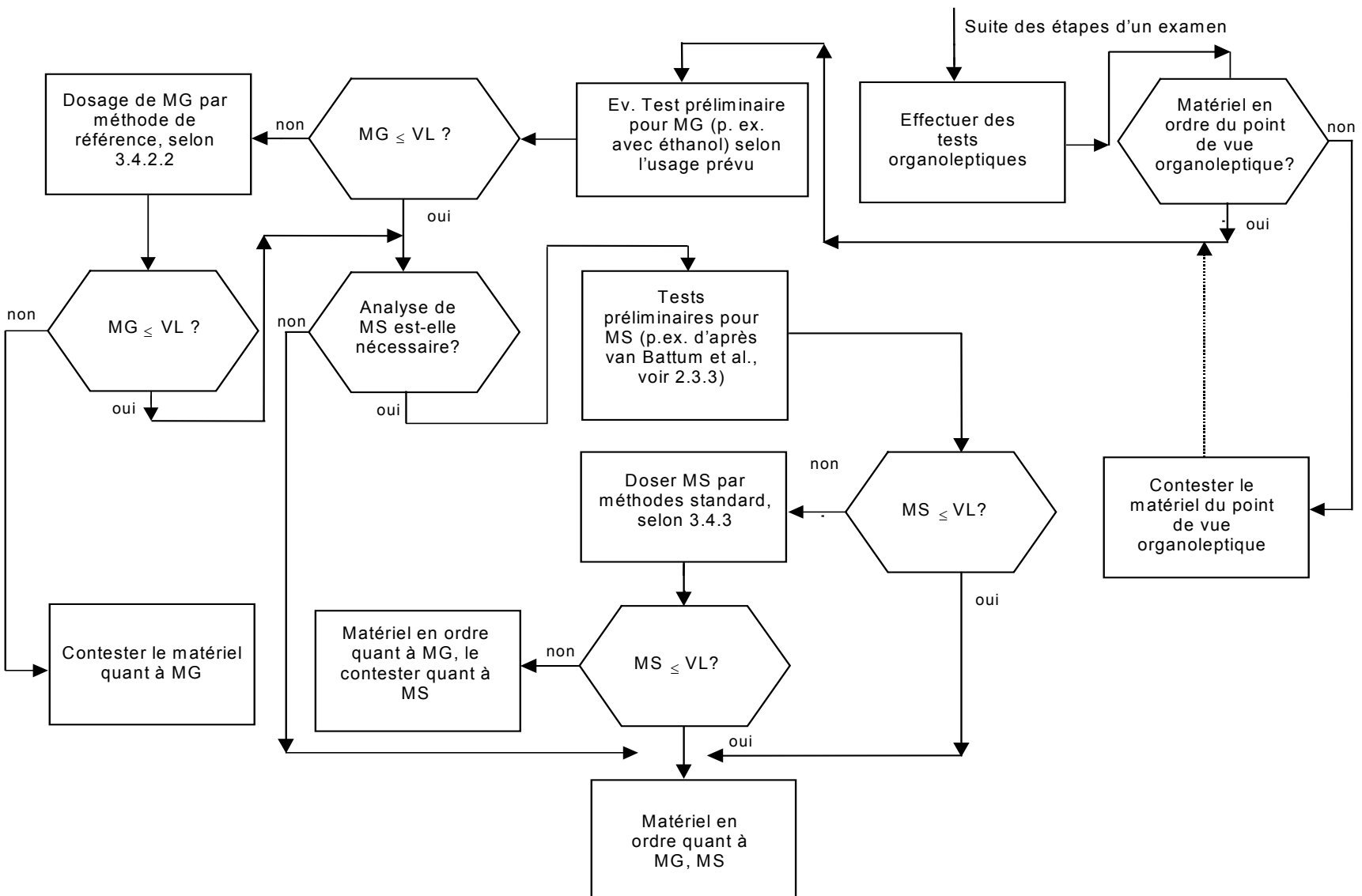
1 Schéma d'analyse

Figure 48.1
Etapes d'un examen



Abbréviations:

- MG = migration globale
- MS = migration spécifique
- VL = valeur limite
- OFSP = Office fédéral de la santé publique
- Opla = Ordonnance sur les matières plastiques



2 Identification des matières plastiques par des méthodes de détermination simples

2.1 Caractéristiques typiques pour l'identification des matières plastiques courantes

GÉNÉRALITÉS

Dans l'exécution des tests visant à examiner si les matières plastiques destinées à entrer en contact avec des denrées alimentaires répondent aux critères requis, il est, dans la plupart des cas, possible et aussi désiré d'éviter un investissement important en temps et en matériel d'examen.

MODE OPÉRATOIRE

Les tests qualitatifs simples, mais souvent déjà très informatifs peuvent être classés selon:

- A) réaction au cours d'un chauffage contrôlé dans un tube à calcination
- B) réaction à la combustion
- C) odeur des gaz de craquage
- D) *pH* des gaz de craquage

A) Réaction au cours d'un chauffage contrôlé dans un tube à calcination

Introduire un morceau de matière plastique de la grosseur d'un pois au maximum dans un tube à calcinations, chauffer alors précautionneusement le tube sur une flamme aussi faible que possible, cette opération étant constamment brièvement interrompue et la réaction de l'échantillon, observée avec exactitude. Comparer ensuite les modifications intervenues avec les indications figurant dans la colonne correspondante du tableau 4.8.1.

B) Réaction à la combustion

Prélever un petit morceau (env. 5 x 10 mm) de la matière plastique à examiner, le tenir prudemment avec une pincette dans une flamme aussi faible que possible et observer la réaction à la combustion. Cette réaction est subdivisée en 4 catégories (voir la légende du tableau 48.1). Il y a lieu de prêter la plus grande attention à d'autres phénomènes typiques, tels que couleur des gaz, crépitement, sorte de flamme (fuligineuse, brillante, éclairante, formant des gouttelettes, etc.).

C) Odeur des gaz de craquage

Lorsqu'on les chauffe avec précaution, les matières plastiques et certains de leurs constituants commencent à se désintégrer. L'odeur des gaz de craquage qui se dégagent peut, si l'on dispose d'assez d'exercice et de l'expérience adéquate, livrer de précieuses informations. Les signes caractéristiques qui se manifestent sont décrits au tableau 48.1.

D) pH des gaz de craquage

Le pH des gaz qui se produisent lors du craquage est obtenu au moyen d'un papier indicateur, humecté dans de l'eau distillée, que l'on glisse dans l'ouverture du tube à clacinations.

Tableau 48.1

Caractéristiques typiques pour l'identification des matières plastiques courantes

Type de matière plastique	Réaction au chauffage précautionneux dans un tube à incinérations	Réaction à la combustion dans une faible flamme	Odeur des vapeurs dues au chauffage	pH des vapeurs
PE, PP, PB	aspect clair, F. D., peu de vapeurs visibles	1/jaunit avec noyau bleu, goutte à la combustion	de paraffine	n
PS	F et se gazéfie	2/vacille, devient jaune brillant, fort dégagement de suie	typiquement de PS	n
PS-Cop	D, devient noir	do	do + de cannelle	n, évent. a
PVC pur	se ramollit, D, devient brun noir	1/dégagement de suie jaune, bord de la flamme évent. vert	arrière-odeur de HCl et de brûlé	aa
PVC + pl	se ramollit, D, devient brun noir	1/2aspect brillant dû au pl	HCl + pl	aa
PTFE	devient clair, ne fond pas, D lorsque chauffé au rouge	0/ne brûle pas, ne charbonne pas	piquante de HF lorsque chauffé au rouge	aa
PVF	ne fond pas, se brise	1/flamme brillante, dégageant de la suie	piquante de HF	aa

PVAC	F, devient brun, se gazéfie	2/flamme brillante, dégageant de la suie	de HAc, avec arrière-odeur	aa
Ester de l'acide polyacrylique	F, D, se gazéfie	2/flamme brillante, dégageant un peu de suie	forte, typique	n
PMMA	se ramollit, D en se gonflant	2/brûle en crépitant, goutte en brillant	fruitée, typique	n
POM et matières semblables	F, D, se gazéfie	2/bleue, presque incolore	HCHO	n
PPO	devient noir, F, D, vapeurs brunes	2/brûle d'abord difficilement, puis donne une flamme claire, dégageant de la suie	au début faible, puis de phénol	al
CA, CAB	F, D, devient noir	2/goutte, flamme vert jaune, avec étincelles, CAB brillante	d'acide acétique, resp. butyrique et de papier brûlé	a
CN	D, violente	3/flamme claire, réaction violente avec vapeurs brunes	de NOx, de camphre	aa
Cellophane	G, charbonne	2/comme le papier	de papier brûlé	n
PC	F, devient résistant, incolore	1/flamme brillante, dégageant de la suie, forme des bulles, charbonne	au début faible, puis de phénol	(a)
PET	F, D, devient brun foncé avec un dépôt blanc à la surface	2/flamme brillante, crépitante, goutte, dégage de la suie	douçâtre, irritante	a
PA	devient clair, F	2/difficilement inflammable, bord jaune bleuâtre, goutte en crépitant	typique de corne brûlée	(al)
PI	ne fond pas, devient brun si fortement chauffé	0/devient rouge	de phénol si fortement chauffé	al
PF	D, se brise	0/1 flamme claire, dégageant de la suie	de phénol, HCHO	n(al)

UF, MF	D, se brise, devient foncé, se gonfle	0/1 à peine inflammable, flamme légèrement jaune, charbonne avec bords blancs	d'ammoniac, HCHO, d'amines, répugnante, de poisson, évent. de phénol,	al
UP	devient foncé, F, D, saute	2/flamme jaune brillant, dégageant de la suie	de styrène, avec forte arrière-odeur	n(a)
EP	bord foncé, D	2/difficilement inflammable, brûle avec petite flamme jaune, dégage de la suie	selon le durcissant, d'ester ou d'amines, puis de phénol	n
PUR	F lorsque fortement chauffé, puis D	2/difficilement inflammable, flamme jaune, brillante, goutte, mousse	typique, désagréablement piquante (d'isocyanate)	al
SI	D seulement lorsque fortement chauffé, poudre blanche	0/à la rigueur, faible lueur dans la flamme	fumée blanche ou résidu crevassé de SiO ₂	n
Légende:	F = fond D = se dé-intègre	0 = à peine inflammable 1 = brûle dans la flamme, s'éteint à l'extérieur 2 = continue à brûler lorsqu'il est allumé 3 = brûle violemment		a =acide n =neutre al =alcalin aa =très acide

Abbréviations du Tableau 48.1

CA	acétate de cellulose	POM	polyoxyméthylène polyacétal
CAB	acétobutyrate de cellulose	PP	polypropylène
CN	nitrate de cellulose	PPO	polyphénylène-oxyde
Cop	copolymère	PS	polystyrène
EP	époxydes	PTFE	polytétrafluoréthylène
MF	mélamine-formol	PUR	polyuréthane
PA	polyamide	PVAC	polyacétate de vinyle

PB	polybutène	PVC	polychlorure de vinyle
PC	polycarbonate	PVF	polyfluorure de vinyle
PE	polyéthylène	SI	silicone, polysiloxane
PET	polyéthylène téréphtalate	UF	résine d'urée-formol
PF	phénol-formol	UP	résine de polyester insaturée
PI	polyimide	pl	plastifiants
PMMA	polyméthylacrylate de méthyle, polyacrylate		

BIBLIOGRAPHIE

1. *Hummel, D.O.*: Atlas der Polymer- und Kunststoffanalyse, volume 4, 3ème édition: Physikalische und chemische Methoden. Carl Hanser Verlag, München (1991).
2. *Braun, D.*: Erkennen von Kunststoffen. Carl Hanser Verlag, München (1978).
3. *Krause, A. und Lange, A.*: Kunststoff-Bestimmungsmöglichkeiten. Carl Hanser Verlag, München (1965).

2.2 Identification par spectroscopie infrarouge (IR)

Par domaine spectral infrarouge, on entend le rayonnement électromagnétique du domaine des longueurs d'onde de 0,7 - 100 μm (resp. celui du nombre d'ondes de 14 000 - 100 cm^{-1}). L'utilité pratique de la technique IR réside dans le fait que la matière pénétrée par un rayonnement électromagnétique absorbe de l'énergie dans un domaine déterminé par sa structure moléculaire. Le tracé qui en résulte en fonction de la longueur d'onde est ce que l'on désigne par spectre IR.

La plupart des appareils IR fonctionnent dans le domaine du nombre d'ondes de 4000 – 400 cm^{-1} . Les "spectres IR" résultant des effets d'absorption, avec leurs bandes typiques d'absorption spécifique de la substance (fingerprints), servent aussi bien au dosage qualitatif que quantitatif. La technique IR permet ainsi de caractériser ou de quantifier très simplement les matières plastiques et les matériaux revêtus de matière plastique, comme aussi les constituants de celles-ci mis en solution.

Une description détaillée dans ce chapitre de la technique IR nous amènerait trop loin, d'autant plus que la bibliographie ci-dessous, en particulier le livre de Kemmer, traite le sujet de manière circonstanciée et facile à comprendre.

BIBLIOGRAPHIE COMPLÉMENTAIRE

1. *Hummel, D.O.*: Atlas der Polymer- und Kunststoffanalyse, 3ème édition, volumes 1 - 4. Carl Hanser Verlag, München (1991).
2. *Ullmanns Encyklopädie* der technischen Chemie, volume 15, 4ème édition refondue. Verlag Chemie GmbH, Weinheim (1978).
3. *Schröder, E., Franz, J., Hagen, E.*: Ausgewählte Methoden zur Plastanalytik. Akademie-Verlag, Berlin (1976).
4. *Kraft, M.*: Struktur und Absorptionsspektroskopie der Kunststoffe. Verlag Chemie GmbH, Weinheim (1973).
5. *Kemmer, G.*: Infrarot-Spektroskopie. Grundlagen, Anwendung, Methoden. Franckh'sche Verlagshandlung, Stuttgart (1969).

3 Transfert de substances odorantes et sapides dans les simulants ou les denrées alimentaires

PRINCIPE

L'objet en matière plastique est mis en contact soit directement, soit indirectement par l'air ambiant avec une matière remplaçant la catégorie de denrées alimentaires concernée, ainsi que, si possible, avec la denrée alimentaire à examiner elle-même. Après la durée du contact prescrite, à une température déterminée, on constate par dégustation si et dans quelle mesure la matière de substitution ou la denrée alimentaire concernée ont subi une modification du point de vue sensoriel. Un échantillon de référence sert à la comparaison.

Pour les objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires de toutes catégories, on utilise toujours l'eau du robinet comme simulant. Si l'emballage n'est destiné qu'à une denrée déterminée, l'examen est effectué au moyen de cette denrée et dans l'emballage original.

EQUIPEMENT

En plus de l'équipement ci-après, d'autres ustensiles et moyens auxiliaires peuvent s'avérer nécessaires, eu égard à la grande diversité des objets à examiner. Il est important de veiller à ce que ces ustensiles soient inertes du point de vue sensoriel.

- Bêchers, 250 ml, forme haute.
- Boîtes de Petri en verre (80 x 20; 150 x 30).
- Bocaux à conserves de ménage avec couvercle rodé, 500 et 1000 ml de capacité, forme large.
- Anneaux de Raschig.
- Récipients spéciaux (cellules de migration) pour l'examen d'une seule face des feuilles à plusieurs couches (voir paragraphe 4.2.2).

CONDITIONS D'ESSAI

Prélèvement et stockage des échantillons

Les échantillons doivent être représentatifs. Lors du prélèvement de matières d'emballage, les premières pièces d'une pile ou d'un rouleau ne doivent pas être utilisées. Lorsqu'il s'agit d'une fabrication en continu, les premiers 20 emballages doivent être écartés. Pour les matières plastiques imprimées, le rapport entre les surfaces imprimées et non imprimées doit être le même que celui du produit fini.

A partir du prélèvement et jusqu'à l'examen, les échantillons doivent être manipulés et entreposés de manière à ce qu'ils ne s'imprègnent pas d'odeurs étrangères et qu'ils ne dégagent pas de substances volatiles. En ce qui concerne les matières plastiques à plusieurs couches, il faut éviter de toucher le côté entrant en contact avec la denrée alimentaire. Les divers échantillons doivent être entreposés isolément, p. ex. dans des verres fermant hermétiquement ou dans un emballage en feuilles d'aluminium non revêtues.

Quantité d'échantillon

Lors de la préparation de l'essai, il faut tenir compte du fait que la quantité nécessaire varie en fonction du genre de l'analyse sensorielle et prévoir un échantillon personnel pour chaque contrôleur. Quant à l'épreuve de l'odeur et du goût, il faut préparer pour chaque échantillon et chaque contrôleur env. 25 ml de simulant ou de denrée alimentaire liquide ou 5 à 10 g s'il s'agit d'une matière solide.

Simulants liquides

La matière standard est une eau prélevée du robinet, cuite, d'odeur et de goût neutres. Lors d'entreposages prolongés, on doit envisager la possibilité d'altérations microbiologiques. Si un dégustateur est plus sensible à une solution de 0,4 g de sel de cuisine dans 100 ml de cette eau, il lui est loisible d'utiliser une telle solution.

Comme simulants pour les *denrées alimentaires aqueuses, acides*, comme le jus de pomme on utilise l'acide acétique, β (CH_3COOH) = 0,2 g/100 ml.

Les simulants utilisés pour les boissons alcooliques sont: la pour bière : 5 % vol. d'alcool; pour le vin : 15% vol. d'alcool, ainsi que pour les liqueurs et les spiritueux : 40 %vol. d'alcool.

Simulants solides, semi-solides ou granuleux

Le beurre non salé et d'odeur et de goût impeccables pour les *denrées alimentaires - grasses et aqueuses*; la graisse alimentaire ou l'huile végétale d'odeur et de goût neutres ou du chocolat au lait râpé pour les *denrées alimentaires principalement grasses et exemptes d'eau*; sucre en poudre et biscuits au beurre pour les *denrées alimentaires principalement sèches*.

Température

La température ambiante est considérée comme standard. Si un objet est soumis à des températures supérieures dans l'utilisation pratique, ces conditions doivent être appliquées à l'examen également. Quant aux emballages pour les produits laitiers pasteurisés, il faut, en outre, effectuer un essai à 4 °C (température du réfrigérateur), après 4 jours de contact.

Durée

Le temps standard est de 20 ± 2 heures. Si l'examen s'effectue au moyen de lait ou de lait écrémé, les laits de départ doivent être frais. Immédiatement avant de commencer l'examen, il y a lieu de les pasteuriser avec ménagement (éviter le goût de lait cuit). En règle générale, le temps standard ci-dessus suffit également à une appréciation après d'assez longues périodes de contact (jusqu'à 1 mois).

Pour les gobelets à boire, la vaisselle, les couverts et autres récipients et ustensiles dont le *contact* avec les denrées alimentaires est *bref*, les conditions ci-après sont suffisantes:

contact avec le simulant liquide chauffé à 80 °C ou avec la denrée alimentaire (lait, thé) portée à la même température, laisser refroidir à 20 °C et déguster 3 h après le début de l'essai.

Pour les récipients en matières plastiques qui demeurent plusieurs mois en contact avec une denrée alimentaire, il est recommandé d'effectuer un *examen de longue durée* avec la denrée alimentaire concernée elle-même. Pour que d'éventuelles modifications sensorielles soient décelées avec autant de certitude que possible, tous les échantillons du même prélèvement devraient être soumis simultanément à l'examen organoleptique.

Rapport volume de liquide à surface

Ce rapport doit satisfaire au moins au cas le plus défavorable (emballage le plus petit) de l'utilisation pratique. Si celle-ci n'est pas connue, on plongera des échantillons de 2 dm² de surface totale dans 250 ml du liquide d'essai. Dans certains cas particuliers, un rapport plus rigoureux peut s'avérer indiqué. Les joints d'étanchéité pour les bouchons à vis et à ressort, les garnitures pour capsules, etc. doivent être examinés sous les conditions de l'usage pratique. Pour cela, le récipient sera rempli d'eau du robinet ou de la denrée alimentaire entrant en ligne de compte, sous les conditions normales (éventuellement traitement à chaud), puis entreposé de manière à assurer le contact entre la matière plastique et le contenu.

Entreposage, protection contre la lumière

Les échantillons d'essai et les échantillons de référence doivent être entreposés dans un endroit sans odeurs, de manière à exclure toute modification des propriétés sensorielles due à d'autres causes que l'échange de substances entre la matière plastique et la matière utilisée pour l'essai. Les tests effectués sur des denrées alimentaires sensibles à la lumière, telles les huiles comestibles et les produits laitiers, doivent être pratiqués à l'abri de la lumière.

Matériel à plusieurs couches

Pour ce matériel, l'essai doit être effectué uniquement avec la couche destinée à entrer en contact avec la denrée alimentaire. En pareil cas, on confectionnera des emballages originaux avec le matériel en question, que l'on remplira d'une quantité de simulant égale au volume de l'emballage ou, alternativement, on utilisera un récipient spécialement

destiné à l'examen des feuilles à plusieurs couches. Dans la fabrication des emballages originaux, il est important de souder avec ménagement.

MODE OPÉRATOIRE

Traitement préliminaire du matériel

On utilisera, si possible, les récipients originaux, surtout lorsqu'il s'agit de récipients en polystyrène, dont les cassures fraîches peuvent transférer du monomère styrène en quantité nettement décelable.

Les feuilles doivent être découpées en morceaux standard de chacun 1 dm² de surface totale (5 x 10 cm). Plusieurs de ces morceaux peuvent aisément être introduits dans un bécher de 250 ml. Les feuilles minces peuvent être disposées en accordéon. En intercalant des bâtonnets de verre d'une épaisseur adéquate, on assure un contact de tous les côtés des morceaux avec le liquide. Les morceaux doivent être essuyés préalablement au moyen d'un chiffon humide, qui ne libère pas de fibres.

Examen du transfert de goût au contact direct avec le liquide d'essai

Remplir les récipients en matières plastiques au moyen du liquide d'essai, couvrir d'un verre l'ouverture du récipient; recouvrir du liquide les morceaux de matière plastique contenus dans le bécher de 250 ml et fermer avec un verre de montre l'ouverture du bécher.

Examen du transfert de goût au contact direct avec les matières d'essai solides, semi-solides et granuleuses

Introduire des morceaux de matière plastique de 1 dm² dans des boîtes de Petri et les recouvrir d'une couche d'env. 5 mm d'épaisseur de la matière d'essai. Pour les graisses, étaler une couche d'une épaisseur d'env. 10 mm entre chaque surface de 1 dm² de la matière plastique et veiller à ce que la surface intérieure soit entièrement en contact avec la graisse. A cette fin, recouvrir au moyen de plaques de verre les deux côtés de la matière plastique. Conserver les échantillons dans des boîtes de Petri ou des bocaux pour conserves ménagères.

Examen du transfert de goût par l'air ambiant

Dans ce test, un bocal pour conserves ménagères est utilisé comme récipient. On le remplira jusqu'à 15 mm de hauteur avec une solution saturée de sel de cuisine (avec sédiment), pour obtenir une humidité relative de l'air de 75 %, à 20 °C. Des anneaux de Raschig déposés dans la solution servent de support au matériel d'emballage. On déposera le matériel plié sur l'anneau de Raschig et sur le matériel, une boîte de Petri contenant 15 g de chocolat au lait râpé. L'extrémité libre du matériel sera alors légèrement placée sur la boîte de Petri. Le bocal fermé sans anneau d'étanchéité demeurera pendant 48 heures dans l'obscurité.

Pour tous les tests ci-dessus, il y a lieu de conserver au même endroit, sans odeur, les échantillons soumis au test et les échantillons de référence (matière d'essai dans un récipient de contrôle sans l'influence de la matière plastique). Après expiration de la durée de contact prescrite, l'échantillon d'essai doit être immédiatement soumis au test organoleptique en comparaison avec l'échantillon de référence. Un entreposage au froid jusqu'à un nouvel examen organoleptique n'est pas admis.

Le risque d'une altération bactériologique des matières d'essai exige que l'on considère, lors de la planification du test, que la température et la durée de l'entreposage puissent éventuellement influencer les propriétés sensorielles des matières concernées par des modifications dues à des micro-organismes.

Si le test est effectué sur des matières sensibles à l'oxygène, on ne peut utiliser des récipients en verre pour l'échantillon de référence que lorsque la durée de l'entreposage ne dépasse pas sensiblement 20 heures. Si l'entreposage de telles matières est plus long, le récipient destiné à l'échantillon de référence doit avoir le même volume de tête et la même perméabilité aux gaz que l'emballage à tester.

MODE OPÉRATOIRE DE L'EXAMEN ORGANOLEPTIQUE

On établit si la matière plastique a influencé l'odeur ou le goût du simulant ou de la denrée alimentaire. L'examen doit être effectué par au moins 5 contrôleurs expérimentés. Les échantillons sont, en principe, codés et doivent être présentés dans un ordre aléatoire (les matières liquides dans des tubes à essai et les matières solides, dans des boîtes de Petri). En ce qui concerne les denrées solides en emballages originaux, il ne faut déguster que la couche effectivement en contact avec la matière plastique (1 cm d'épaisseur au plus), par exemple après avoir extrait le yogourt des gobelets au moyen d'un cylindre en verre.

Essai en séries

Ce procédé est choisi de préférence lorsqu'il s'agit d'un grand nombre d'échantillons, présentant en outre des différences sensorielles relativement importantes. L'examen en séries peut aussi être effectué comme essai de classement par rangs, lorsque les modifications sensorielles sont de même nature (p. ex. diverses concentrations de solvants résiduels).

Essai triangulaire

Ce procédé s'applique de préférence lorsque les différences sensorielles sont relativement faibles et surtout parce que les résultats peuvent facilement être évalués statistiquement.

Schéma d'appréciation

L'influence sur l'odeur et le goût est estimée au moyen des notes ci-après:

Note 0 = aucun effet décelable

Note 1 = effet faiblement perceptible

Note 2 = effet nettement perceptible

Note 3 = effet important

Note 4 = effet très important ou odeur, resp. goût étrangers repoussants.

Evaluation

Elle se fait par la moyenne des différentes valeurs obtenues. On arrondit aux notes entières. A partir de la note 2, il faut décrire la modification de l'odeur ou du goût. Les résultats de chaque essai ne doivent pas diverger de la moyenne par plus d'une note, faute de quoi l'essai est à répéter.

Si un contrôleur attribue la note 1 ou 2, il doit confirmer ce résultat dans l'essai triangulaire (Mode opératoire et évaluation, voir chapitre 63B "Essai triangulaire" et Deutsche Normen DIN 10951). Lors de l'examen d'objets en matières plastiques destinés à entrer plusieurs fois en contact avec des denrées alimentaires (p. ex. vaisselle, récipients et instruments de cuisine, tuyaux pour boissons), on ne tiendra compte des notes qu'à partir du deuxième essai sur le même échantillon.

Appréciation

Une matière plastique doit être contestée

- si elle confère une odeur ou un goût étrangers aux denrées alimentaires au contact desquelles elle est destinée
- si le transfert de substances odorantes ou sapides aux simulants de denrées alimentaires est évalué par la note 2 ou une note supérieure. L'expérience démontre qu'en pareils cas, la marge de sécurité pour l'absence d'effets sur les denrées alimentaires entrant en ligne de compte est trop petite.

Le rapport d'examen doit contenir:

- la désignation de la matière plastique
- la date de l'échantillonnage et de l'essai
- les denrées alimentaires ou les simulants utilisés
- la durée du contact, la température de l'essai, ainsi que le rapport volume du liquide à la surface de la matière plastique
- le mode opératoire et les notes, y compris la description de l'influence sur l'odeur et le goût.

BIBLIOGRAPHIE

1. *MSDA*, chapitre 63 "Analyse sensorielle".
2. *Merkblatt 3*: Prüfung von Packstoffen und Beschichtungsmaterialien, Prüfung der geschmacklichen Beeinflussung von Lebensmitteln durch Packstoffe, Fraunhofer-Institut für Lebensmitteltechnologie und Verpackung, München.
3. *Merkblatt 16*: Sensorische Methode für die Prüfung der Riechstoffdurchlässigkeit von Packstoffen, Herausgeber siehe Merkblatt 3.
4. *Robinson L.*: Analytische Methoden Blatt 12-D/1964, Office International du Cacao et du Chocolat, Brüssel (1964).
5. *Kiermeier F. und Haevecker U.*: Sensorische Beurteilung von Lebensmitteln. J. Bergmann Verlag, München (1972).
6. *Deutsche Norm DIN 10951 (1978)*: Sensorische Prüfverfahren; Dreiecksprüfung, Beuth, Berlin.
7. *Jellinek G.*: Sensorische Lebensmittelprüfung, Lehrbuch für die Praxis. Verlag D. & P. Siegfried, Pattensen (1981).
8. *Deutsche Norm DIN 10955 (1983)*: Prüfung von Packstoffen und Packmitteln für Lebensmittel, Beuth, Berlin.

4 Migration

4.1 Règles d'ordre général pour déceler la migration dans les simulants de denrées alimentaires

4.1.1 Simulants de denrées alimentaires

Cas général:

Les matériaux en matières plastiques ou les objets usuels destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires de tous genres.

Utilisation dans les essais de tous les simulants de denrées alimentaires ci-dessous, chaque simulant nécessitant un nouvel échantillon du matériel ou de l'objet concerné:

- eau distillée ou eau de qualité équivalente (= simulant A)
- acide acétique, β (CH_3COOH) = 3 g/100 ml, en solution aqueuse (= simulant B)
- éthanol, σ ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) = 15 ml/100 ml, en solution aqueuse (= simulant C)
- huile d'olive rectifiée³ (= simulant D)

Remarques

1. Si, pour des raisons techniques justifiées, en rapport avec le procédé d'analyse, d'autres simulants de denrées alimentaires doivent être utilisés, l'huile d'olive doit être remplacée par un mélange de triglycérides synthétiques⁴ ou par de l'huile de tournesol.
2. Si les simulants ci-dessus sont inappropriés, on peut avoir recours à d'autres simulants, en appliquant des conditions adéquates en ce qui concerne la durée et la température. Toutefois, le simulant A ne peut être utilisé que dans les cas prévus expressément aux tableaux 48.2 ou 48.4.

Cas particulier:

Matières plastiques ou objets usuels fabriqués avec de telles matières, destinés à n'entrer en contact qu'avec une seule denrée alimentaire ou une catégorie déterminée de denrées alimentaires:

³ Propriétés de l'huile d'olive rectifiée:

Indice d'iode (selon Wijs)	80 - 88
Indice de réfraction à 25° C	1,4665 - 1,4679
Teneur en acide (exprimée en g/100 g d'huile d'olive)	max. 0,5 g/100 g
Indice de peroxyde (exprimé en milliéquivalents d'oxygène/kg d'huile)	max. 10

Dosages, voir chapitre 7 MSDA

⁴ Propriétés du mélange standard de triglycérides synthétiques: indiquées dans l'article de K. Figge, Food Cosmet. Toxicol. **10** (1972) 81-5.

Les essais sont effectués

- en utilisant exclusivement les simulants qui figurent au tableau 48.2 ou 48.4 pour la denrée alimentaire ou la catégorie de denrées alimentaires concernée
- dans les cas où la denrée alimentaire concernée ne figure pas au tableau 48.2, en utilisant uniquement le simulant (ou les simulants) de cette denrée mentionné sous 4.1.1, et présentant le meilleur pouvoir d'extraction pour cette denrée alimentaire (ou catégorie de denrées alimentaires).

Pour chaque denrée alimentaire, ou catégorie de denrées, il faut utiliser le ou les simulants portant le signe "X", un nouvel échantillon du matériel ou de l'objet concerné devant être utilisé pour chaque simulant. L'absence du signe "X" veut dire qu'aucune analyse de la migration n'est requise pour ce poste ou sous-poste.

Si le signe "X" est suivi d'un nombre séparé par un trait oblique, le résultat de l'analyse de la migration doit être divisé par ce nombre. Celui-ci (coefficient de réduction) tient compte du pouvoir d'extraction plus élevé du simulant pour les denrées alimentaires grasses, par comparaison avec certaines sortes de denrées alimentaires.

Si le signe "X" entre parenthèses est suivi de la lettre (a), il ne faut utiliser que l'un des deux simulants indiqués:

- pour un $pH > 4,5$ de la denrée alimentaire, le simulant A
- pour un $pH \leq 4,5$ de la denrée alimentaire, le simulant B

Si une denrée alimentaire figure simultanément dans la liste sous une position spécifique et sous une position générale, il ne faut utiliser que le ou les simulants prévus sous cette position spécifique.

TESTS ALTERNATIFS POUR LE DOSAGE DE LA MIGRATION GLOBALE ET DE LA MIGRATION SPECIFIQUE DANS LES DENREES ALIMENTAIRES GRASSES

Des simulants alternatifs, non volatils en remplacement du simulant D (huile d'olive), de même que d'autres conditions analytiques peuvent être appliqués, lorsque les résultats ainsi obtenus présentent des valeurs identiques ou supérieures à celles qui résultent de l'utilisation du simulant D, sous les conditions mentionnées au paragraphe 4.1.2.

Si les valeurs obtenues par une méthode alternative dépassent les valeurs limites de la migration fixées dans l'Ordonnance sur les matières plastiques, un nouvel essai sera effectué avec un des simulants figurant sous 4.1.1 et en appliquant les conditions prévues pour le test sous 4.1.2.

Tableau 48.2

Liste des simulants de denrées alimentaires à utiliser

Dénomination des denrées alimentaires	A	simulant à utiliser.		
		B	C	D
Boissons				
Boissons non alcoolisées ou alcoolisées, d'une teneur en alcool inférieure à 5% vol: eau, cidre, jus de fruits simple ou concentré, moût, nectar de fruits ou de légumes, limonade, soda, sirop, bitter, infusions d'herbes, café, thé, chocolat liquide, bière et autres boissons	X (a)	X (a)		
Boissons alcoolisées présentant une teneur en alcool de 5% vol ou plus élevée, Boissons, telles que mentionnées plus haut (cidre etc..) mais présentant toutefois une teneur en alcool de 5% vol ou plus élevée:				
Vin, eau-de-vie, liqueur		X	X	
Autres: alcool éthylique non dénaturé		X	X	
Céréales, produits dérivés, articles de boulangerie				
Amidon de céréales et de pomme de terre				
Céréales à l'état naturel, en flocons, en paillettes (y compris le pop-corn, cornflakes et autres céréales)				
Farine de céréales et semoule				
Pâtes alimentaires				
Articles de boulangerie secs (y compris la biscuiterie fine)				
A. dont la surface contient des matières grasses				X/5
B. autres				
Articles de boulangerie, biscuits fins, frais:				
A. dont la surface contient des matières grasses				X/5
B. autres	X			

Dénomination des denrées alimentaires	A	simulant à utiliser.		
		B	C	D
Chocolat, articles de confiserie et dérivés, sucreries				
Chocolat, produits recouverts de chocolat, succédanés du chocolat et produits recouverts de succédanés du chocolat				X/5
Sucreries				
A. sous forme solide:				
I. dont la surface contient des matières grasses				X/5
II. autres				
B. sous forme de pâtes				
I. dont la surface contient des matières grasses				X/3
II. humides	X			
Sucre et produits à base de sucre:				
A. solides				
B. miel et produits similaires	X			
C. mélasse et sirop de sucre	X			
Fruits, légumes et dérivés				
Fruits entiers, frais ou réfrigérés				
Préparations de fruits:				
A. fruits secs ou séchés, entiers ou sous forme de farine ou de poudre				
B. fruits en morceaux ou sous forme de purée ou de pâte	X (a)	X (a)		
C. conserves de fruits (marmelades et produits similaires; fruits conservés dans un liquide, entiers, en morceaux ou sous forme de farine ou de poudre):				
I. en milieu aqueux	X (a)	X (a)		
II. en milieu huileux	X (a)	X (a)		X
III. en milieu alcoolique, teneur en alcool > 5% vol		X ⁵	X	

⁵ Cette détermination n'est entreprise que lorsque le *pH* est de 4.5 ou moins.

Dénomination des denrées alimentaires	simulant à utiliser.			
	A	B	C	D
Fruits à coque (arachides, châtaignes, amandes, noisettes, noix, pignons et produits similaires):				
A. pelés, séchés				X/5
B. pelés, grillés				X/3
C. sous forme de pâte ou de crème	X			
Légumes entiers, frais ou réfrigérés				
Préparations de légumes:				
A. légumes secs ou séchés, entiers ou sous forme de farine ou de poudre				
B. légumes en morceaux, en purée	X (a)	X (a)		
C. conserves de légumes				
I. en milieu aqueux	X (a)	X (a)		
II. en milieu huileux	X (a)	X (a)		X
III. en milieu alcoolique, teneur en alcool > 5% vol		X ⁶	X	
Graisses et huiles				
Graisses animales, végétales et huiles, naturelles ou traitées (y compris beurre de cacao, saindoux, beurre fondu)				X
Margarine, beurre ou autres graisses obtenues par émulsion eau dans huile (E/H)				X/2
Produits à base de viande, oeufs				
Poissons:				
A. frais, réfrigérés, salés, fumés	X			X/3
B. sous forme de pâte	X			X/3
Crustacées et mollusques (y compris huîtres, moules communes comestibles, escargots) sans leur protection naturelle, carapace ou coquille	X			

⁶ Cette détermination n'est entreprise que lorsque le *pH* est de 4.5 ou moins.

Dénomination des denrées alimentaires	simulant à utiliser.			
	A	B	C	D
Viande de toutes les espèces animales (y compris volaille et gibier):				
A. fraîche, réfrigérée, salée, fumée	X			X/4
B. sous forme de pâte ou de crème	X			X/4
Produits confectionnés à base de viande (jambon, saucisses, lard et autres)	X			X/4
Conserves et demi-conserves de viande ou de poisson:				
A. en milieu aqueux	X (a)	X (a)		
B. en milieu huileux	X (a)	X (a)		X
Oeufs sans coquille:				
A. en poudre ou séchés				
B. autres	X			
Jaune d'oeuf				
A. liquide	X			
B. en poudre ou congelés				
Blanc d'oeuf séché				
Produits laitiers				
Lait:				
A. entier	X			
B. condensé	X			
C. partiellement ou totalement écrémé	X			
D. en poudre				
Lait fermenté, tel yogourt, babeurre, avec ou sans fruits, produits dérivés		X		
Crème et crème acidulée	X (a)	X (a)		
Fromage:				
A. entier, avec croûte				
B. fromage fondu	X (a)	X (a)		
C. tous les autres	X (a)	X (a)		X/3

Dénomination des denrées alimentaires	simulant à utiliser.			
	A	B	C	D
Présure (chymosine) de veau				
A. liquide ou pâteuse	X (a)	X (a)		
B. en poudre ou séchée				
Divers produits				
Vinaigre		X		
Denrées alimentaires cuites:				
A. pommes frites, beignets et autres				X/5
B. d'origine animale				X/4
Préparations pour soupes ou bouillons; soupes et bouillons (extraits, concentrés); préparations de denrées alimentaires composées, homogénéisées, mets prêts à la consommation:				
A. en poudre ou séchés:				
I. dont la surface contient des matières grasses				X/5
II. autres				
B. liquides ou pâteuses:				
I. dont la surface contient des matières grasses	X (a)	X (a)		X/3
II. autres	X (a)	X (a)		
Levure et agents de levée et de texture:				
A. pâteux	X (a)	X (a)		
B. séchés				
Sel de cuisine				
Sauces d'assaisonnement				
A. dont la surface ne contient pas de matières grasses	X (a)	X (a)		
B. mayonnaises et sauces dérivées, sauces à salade et autres sauces préparées par émulsion huile dans eau (H/E)	X (a)	X (a)		X/3
C. sauces d'assaisonnement non émulsionnées et contenant de l'huile et de l'eau,	X (a)	X (a)		X
Moutarde (à l'exception de la moutarde en poudre)	X (a)	X (a)		X/3

Dénomination des denrées alimentaires	A	simulant à utiliser.		
		B	C	D
Tranches de pain tartinées, sandwiches, toasts et produits similaires, préparés avec des denrées alimentaires de toutes sortes: A. dont la surface contient des matières grasses B. autres				X/5
Glaces comestibles	X			
Denrées alimentaires séchées A. dont la surface contient des matières grasses B. autres				X/5
Denrées alimentaires congelées ou surgelées				
Extraits épaissis, avec une teneur en alcool d'au moins 5% vol		X ⁷	X	
Cacao: A. en poudre B. sous forme de pâte				X/5 X/3
Café, également rôti ou décaféiné ou soluble, succédanés du café, en grains ou en poudre				
Extrait de café liquide	X			
Plantes aromatiques et autres: camomille, mauve, menthe, tilleul, thé et autres				
Epices et substances aromatisantes sous leur forme courante: cannelle, girofle, moutarde en poudre, poivre, vanille, safran et autres				

⁷ Cette détermination n'est entreprise que lorsque le *pH* est de 4.5 ou moins.
Si l'on peut démontrer par un essai adéquat qu'il n'existe aucun contact entre la graisse et la matière plastique, on peut renoncer au test impliquant le simulant D.

Tableau 48.3
Catégories de denrées alimentaires et simulants

Catégorie de denrées alimentaires	Classification adoptée	Simulant	Abbréviation
<i>Denrées alimentaires aqueuses pH > 4,5</i>	Denrées alimentaires pour lesquelles le simulant A figure au tableau 48.2	Eau dist. ou de qualité équivalente	Simulant A
<i>Denrées alimentaires acides (d.a. aqueuses, pH < 4,5)</i>	Denrées alimentaires pour lesquelles le simulant B figure au tableau 48.2	Acide acétique $\beta = 3 \text{ g}/100 \text{ ml}$	Simulant B
<i>Denrées alimentaires alcoolisées</i>	Denrées alimentaires pour lesquelles le simulant C figure au tableau 48.2	Ethanol, $\sigma = 15 \text{ ml}/100 \text{ ml}$. Cette concentration doit être adaptée à la d.a. concernée si la teneur en alcool de cette dernière > 15 ml/100 ml	Simulant C
<i>Denrées alimentaires grasses</i>	Denrées alimentaires pour lesquelles le simulant D figure au tableau 48.2	Huile d'olive rectifiée ou solvants alternatifs	Simulant D
<i>Denrées alimentaires sèches</i>		Aucun	Aucune

Si le matériel ou l'objet à examiner est destiné à entrer en contact avec plus d'une denrée alimentaire ou d'une catégorie de denrées alimentaires, de même que si les denrées alimentaires ou catégories de denrées alimentaires ne figurent ni au tableau 48.2 ni au tableau 48.3, il faut choisir, au tableau 48.4, la catégorie de denrées alimentaires qui correspond le mieux à l'utilisation envisagée.

Si le matériel ou l'objet est destiné à entrer en contact avec plus d'une denrée alimentaire pour lesquelles différents coefficients de réduction sont applicables, il y a lieu d'appliquer au résultat de l'analyse le coefficient de réduction correspondant à chacune des denrées. Lorsqu'une ou plusieurs valeurs ainsi calculées dépassent les valeurs limites, le matériel ne convient pas à la denrée alimentaire concernée.

Tableau 48.4
Simulants à utiliser

Denrées alimentaires	Simulants
aqueuses uniquement	A
acides uniquement	B
alcoolisées uniquement	C
uniquement grasses	D
aqueuses et acides	B
alcoolisées et aqueuses	C
alcoolisées et acides	C et B
contenant de la graisse et aqueuses	D et A
grasses et acides	D et B
grasses, alcoolisées et aqueuses	D et C
grasses, alcoolisées et acides	D et C et B

REFERENCES POUR LES SIMULANTS DE DENREES ALIMENTAIRES

- mélange de triglycérides synthétiques HB 307 et
- mélange de triglycérides synthétiques HB 307, marqué au ¹⁴C:
NATEC Institut für naturwissenschaftlich-technische Dienste GmbH,
Behringstrasse 154, D-22715 Hamburg
- Huile d'olive, spécifiée pour la détermination de la migration globale:
Fluka Chemie AG
Industriestrasse 25, 9471 Buchs

PIRA International
Randalls Road
Leatherhead , Surrey KT22 7RU

- Huile de tournesol, spécifiée pour la détermination de la migration globale:
PIRA International
Randalls Road
Leatherhead , Surrey KT22 7RU

4.1.2 Conditions d'essai (temps, températures)

Parmi les temps et températures standard figurant au tableau 48.5, il faut choisir pour l'analyse de la migration ceux qui correspondent le mieux aux conditions du contact définies ou prévues pour la pratique, ce choix ne devant en aucun cas être moins rigoureux.

Lorsque, dans la pratique et conformément à leur destination, les matériaux et objets usuels en matières plastiques entrent en contact avec des denrées alimentaires sans restriction de temps, les conditions d'essai ci-après sont applicables:

1. Si le matériel ou l'objet usuel en matières plastiques peut être utilisé dans la pratique à des températures ne dépassant pas 70 °C, seul l'essai de 10 jours à 40 °C doit être effectué.
2. Si le matériel ou l'objet usuel en matières plastiques peut être utilisé dans la pratique à des températures supérieures à 70 °C, les conditions d'essai sont les suivantes:
 - à défaut d'indications sur le temps et la température présumés pour la pratique, les simulants B et C doivent être utilisés pendant 2 heures, à 100 °C ou sous reflux du liquide de condensation et le simulant D, pendant 2 heures, à 175 °C;
 - si l'on dispose d'indications sur les conditions du contact dans la pratique, il faut choisir les temps et les températures du tableau 48.5.

Lorsque, lors d'une utilisation conforme à sa destination, le matériel ou l'objet usuel en matières plastiques est employé pendant moins de 15 minutes, à des températures de 70 à 100 °C et lorsque ces conditions ressortent de l'étiquetage ou du mode d'emploi, seuls l'essai de 2 heures, à 70 °C et l'essai de 10 jours, à 40 °C doivent être effectués. Ces essais seront effectués séparément, avec différents échantillons. Chacun de ces types d'essai nécessite un nouvel échantillon du même matériel ou objet.

Si l'on constate que l'application des conditions d'essai indiquées au tableau 48.5 entraîne chez le matériel ou l'objet usuel concerné des modifications physiques ou autres qui ne se produisent pas sous les conditions d'utilisation définies ou présumées du matériel ou de l'objet, il faut appliquer dans l'analyse de la migration les conditions qui conviennent le mieux au cas particulier.

Pour les matériaux ou objets usuels pouvant être utilisés dans un four à micro-ondes, l'analyse de la migration doit être effectuée dans un four conventionnel, sous application des temps et températures figurant au tableau 48.5.

Tableau 48.5
Conditions applicables aux essais de migration avec simulants

Conditions de contact dans l'utilisation la plus défavorable prévisible	Conditions d'essai
T = temps de contact (dans la pratique)	Temps d'essai
5 minutes < t ≤ 0,5 heure	0,5 heure
0,5 heure < t ≤ 1 heure	1 heure
1 heure < t ≤ 2 heures	2 heures
2 heures < t ≤ 24 heures	24 heures
T > 24 heures	10 jours
T = Température de contact (dans la pratique)	Température d'essai
T ≥ 5 °C	5 °C
5 °C < T ≥ 20 °C	20 °C
20 °C < T ≥ 40 °C	40 °C
40 °C < T ≥ 70 °C	70 °C
70 °C < T ≥ 100 °C	100 °C ou température de reflux
100 °C < T ≥ 121 °C	121 °C ⁸
121 °C < T ≥ 130 °C	130 °C ⁸
130 °C < T ≥ 150 °C	150 °C ⁹
T > 150 °C	175 °C ⁹

⁸ utiliser le simulant C, à la température de reflux.

⁹ utiliser le simulant D, à 150 °C ou à 170 °C, éventuellement en plus avec les simulants A, B et C, à 100 °C ou à la température de reflux.

4.1.3 Indications d'ordre général pour le contrôle du respect des valeurs limites de migration

Dans l'appréciation des résultats d'analyse de la migration, on admet un poids spécifique de 1 pour tous les simulants de denrées alimentaires. Chaque milligramme de la substance ayant migré dans 1 litre de simulant (mg/l) correspond ainsi numériquement à 1 milligramme de la migration libéré par kilogramme de simulant.

Lorsque les essais de migration sont effectués sur des échantillons d'objets usuels prêts à l'emploi ou sur des échantillons fabriqués spécialement pour l'essai et lorsque ces échantillons entrent en contact avec des quantités de denrées alimentaires ou de simulants qui divergent des quantités effectives entrant en contact avec l'objet usuel dans la pratique, les résultats obtenus doivent être corrigés comme suit:

$$M = 1000 \cdot \frac{m \cdot a_2}{a_1 \cdot q}$$

où

M = migration, en mg/kg

m = masse de substance transférée à partir de l'échantillon lors de l'essai, en mg

a₁ = surface de l'échantillon en contact avec la denrée alimentaire ou le simulant lors de l'essai, en dm²

a₂ = surface de l'objet usuel en contact avec la denrée alimentaire dans l'utilisation effective, en dm²

q = quantité de la denrée alimentaire en contact avec l'objet usuel dans l'utilisation effective, en g

Le dosage de la migration doit être effectué sur l'objet usuel lui-même ou, lorsque cela n'est pas possible, sur un échantillon prélevé de cet objet ou, éventuellement, sur des échantillons représentatifs.

L'échantillon doit être mis en contact avec la denrée alimentaire ou le simulant d'une manière correspondant au contact effectif dans la pratique. A cette fin, l'essai est effectué en ne mettant en contact avec la denrée alimentaire ou le simulant que la partie de l'échantillon en contact avec la denrée alimentaire dans la pratique. Cette condition revêt une importance particulière pour les objets usuels constitués de plusieurs couches, pour les fermetures, etc.

Les essais de migration sur les couvercles, anneaux d'étanchéité, bouchons et autres fermetures doivent être effectués de manière à ce que ces parties soient reliées aux récipients comme défini ou prévisible pour l'usage pratique.

Il est toujours permis de démontrer par un essai plus rigoureux le respect des valeurs limites de migration.

Si l'objet usuel est destiné à un contact répété avec des denrées alimentaires, l'essai ou les essais de migration seront effectués trois fois avec le même échantillon, avec chaque fois un nouvel échantillon de la denrée alimentaire ou du simulant. La concordance sera estimée sur la base de la valeur de migration obtenue au 3^e dosage. Si, à la fin de l'essai, on démontre toutefois que la migration n'a pas augmenté au 2^e et au 3^e essais et que la valeur ou les valeurs limites de migration ne sont pas dépassées au 1^{er} essai, on peut renoncer à des examens ultérieurs.

4.2 Migration globale

4.2.1 Méthode informative pour le dosage de la migration globale au moyen d'éthanol comme simulant de denrées alimentaires grasses (éthanol 94 % masse = 96 %vol correspond à $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 0,94$ ou $\sigma = 0,96$ L/L)

DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode convient - en tant que test d'orientation - au dosage de la migration globale de substances à partir de matériaux ou d'objets usuels en matières plastiques (feuilles, récipients, vaisselle, etc.) dans les denrées alimentaires grasses.

La méthode a été élaborée au moyen des matériaux ci-après:

- polyéthylène haute densité
- PVC plastifié
- polystyrène
- polypropylène
- PET

Par comparaison avec la méthode de Figge pour le dosage de la migration globale, une bonne concordance des résultats a été obtenue avec ces matériaux pour des quantités de migration supérieures à 5 mg/dm^2 .

La méthode décrite ci-après peut donc, dans de nombreux cas, remplacer les examens plus onéreux utilisant de l'huile d'olive ou un triglycéride synthétique.

PRINCIPE

Par migration globale à partir d'une matière plastique, on entend la masse du résidu non volatil que l'on obtient par évaporation du simulant.

Le matériel d'essai demeure en contact pendant 120 heures, à 40°C avec le simulant. Ce dernier est alors totalement évaporé, le résidu non volatil, dosé et le résultat, exprimé en mg/dm^2 du matériel d'essai.

- Feuilles et plaques: 1 dm^2 du matériel d'essai est plongé complètement dans le simulant.
- Récipients creux: les récipients creux sont remplis de simulant jusqu'à la hauteur conforme à la pratique.

REACTIFS

- Simulants de denrées alimentaires: éthanol, $w(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 0,94$; correspond à éthanol $\sigma = 0,96$ L/L (sans dénaturant).

Mise en garde: L'éthanol est un solvant volatil, inflammable. Les essais doivent être effectués dans des récipients étanches. Il faut veiller à ce qu'aucun mélange explosif ne puisse se former dans les étuves, réfrigérateurs, etc. et éviter le contact avec une source d'allumage.

- Agent dessicant bleu (gel de silice avec indicateur bleu), activé à 40 °C.

EQUIPEMENT

- Etuve 40° C; tolérance ± 2 °C.
- Armoire à dessiccation.
- Balance d'analyse, exactitude de la lecture 0,1 mg au moins.
- Bain-marie.
- Coupelles en nickel, acier inoxydable, platine ou alliages de platine, $\varnothing =$ env. 50 - 90 mm, poids max. 100 g.
- Dessiccateurs.
- Feuilles d'aluminium (exemptes de graisse, sans revêtement).
- Verres de montre ou boîtes de Petri.
- tubes à essais graduées, diverses grandeurs.
- Récipients en verre, p. ex. tubes à essais, hauteur 160 mm, \varnothing int. 35 mm, RIN 40/45 mm, avec bouchon.
- Erlenmeyers de 250 ml rodés, avec bouchon.
- Baguettes de verre \varnothing 2-3 mm ou treillis métalliques en acier inoxydable (DIN-1.4401), porosité 1 mm.

Avant la première utilisation, les treillis métalliques doivent être soigneusement nettoyés. Un dégraissage au moyen de solvants, suivi d'un traitement à l'acide nitrique dilué s'est avéré efficace.

MODE OPÉRATOIRE

Traitement préliminaire des échantillons

La surface des échantillons doit être exempte de poussières. Si de telles particules y sont attachées, il s'agit de les éliminer de manière adéquate (p. ex. au moyen d'un foehn, d'air comprimé exempt d'huile). En aucun cas, il ne faut avoir recours pour cela à de l'eau ou à un solvant.

Les échantillons ne doivent, en outre, être soumis à aucun nettoyage ou conditionnement préalables.

Chauffage préliminaire du simulant

Pour porter de 20 °C à 40 °C, dans une étuve préchauffée à 40 °C, 2 litres de simulant, il faut compter env., 4½ heures.

Dosage

Feuilles et plaques

- préparer 3 essais parallèles de chaque échantillon
- préparer les échantillons comme décrit ci-dessus
- découper dans le matériel d'essai des échantillons carrés de 100 mm de côtés (correspondant à une surface de 1 dm²). Les couper encore, si nécessaire, en quatre bandes de 25 x 100 mm
- ajouter ensuite à ces échantillons, dans un récipient en verre de 100 ml pouvant être fermé, 100 ml du simulant préchauffé à 40 °C.

Il faut veiller à ce que les surfaces soient librement en contact avec le simulant, qu'elles ne collent ni aux parois du récipient ni entre elles à quelque endroit que ce soit. Ceci peut être obtenu en intercalant de fins treillis métalliques ou des baguettes de verre.

- mesurer chaque fois 120 ml de simulant par essai et les introduire dans 2 récipients en verre identiques, vides, ne contenant que les treillis ou baguettes ci-dessus (essai à blanc)
- fermer les récipients et les introduire dans l'étuve préchauffée à 40 ± 2 °C
- les y maintenir pendant 120 heures, à 40 ± 2 °C, puis:
- sortir les échantillons avec les treillis ou baguettes et laisser couler dans le récipient le simulant qui y adhère
- introduire par portions le simulant (échantillons et essais à blanc) dans des capsules marquées et pesées et évaporer au bain-marie
- rincer enfin deux fois chaque récipient (à l'exception des essais à blanc!) avec chaque fois 10 ml de simulant frais. Introduire également la solution de rinçage dans la capsule correspondante et évaporer à sec.

Récipients creux

- Préparer 3 essais parallèles pour chaque échantillon
- remplir les récipients d'essai préparés comme décrit ci-dessus avec le simulant préchauffé à 40 °C, jusqu'à la hauteur correspondant au contact avec la denrée alimentaire dans la pratique (noter le volume)
- recouvrir alors les récipients d'essai avec un matériel inerte, verre ou feuilles d'aluminium. Par mesure de précaution, placer ces récipients dans un dessiccateur également préchauffé à 40 °C et fermer ce dernier. Pour diminuer les pertes par évaporation, on peut introduire dans le dessiccateur un récipient ouvert, contenant du simulant
- mesurer chaque fois 220 ml de simulant et les introduire dans 2 récipients en verre pouvant se fermer (essais à blanc)
- placer le dessiccateur contenant les récipients d'essai et les récipients en verre (essais à blanc) dans l'étuve préchauffée à 40 ± 2 °C
- les y maintenir pendant 120 heures, à 40 ± 2 °C, puis:
- introduire à la pipette chaque fois 200 ml de simulant prélevés des récipients d'essai > 200 ml dans des erlenmeyers séparés de 250 ml
- introduire la quantité intégrale de simulant prélevée des récipients d'essai < 200 ml dans des erlenmeyers séparés de 250 ml
- introduire ensuite le simulant (échantillons et essais à blanc) par portions dans des coupelles marquées et pesées et évaporer au bain-marie
- rincer enfin deux fois chaque erlenmeyer (à l'exception des essais à blanc!) avec chaque fois 10 ml de simulant frais et introduire également la solution de rinçage dans la capsule correspondante, puis évaporer à sec.

Dosage de la migration globale

- Après évaporation du simulant, placer les capsules pour 60 minutes dans une étuve préchauffée à 105 - 110 °C
- passé ce temps, laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur sur l'agent dessicant bleu, activé
- peser les coupelles et déterminer l'augmentation de la masse
- remettre ensuite les coupelles dans l'étuve et répéter l'opération jusqu'à ce que la variation de la masse ne dépasse plus 0,5 mg.
- Procéder de la même manière pour les essais à blanc.

CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

La migration globale est exprimée en milligrammes de résidu par décimètre carré de la surface en contact avec le simulant. La moyenne est arrondie à 1 décimale.

Feuilles et plaques

$$M = \frac{m_a - m_b}{s}$$

où

M = migration globale, en mg/dm² de la surface de contact

m_a = masse du résidu provenant du récipient d'essai, après évaporation à sec, en mg

m_b = masse de l'essai à blanc, en mg

s = surface de contact de l'échantillon, en dm².

Si l'épaisseur du matériel est inférieure à 0,5 mm et lorsque le contact entre le matériel et le simulant se fait sur les deux côtés du matériel, on ne considère dans le calcul de la migration (mg/dm²) que la surface de l'un des côtés. Si l'épaisseur est de 0,5 mm ou plus, on tient compte des deux côtés [Proposition du Comité européen pour la normalisation (CEN), Comité technique 194, Sous-comité 1, WG 1, N 1, de mars 1993].

Récipients creux

Pour les échantillons contenant un volume de simulant autre que 200 ml, le calcul suivant est applicable:

Pour récipients creux > 200 ml

$$M = (m_a - m_b) \cdot \frac{V}{s \cdot 200}$$

Pour récipients creux < 200 ml

$$M = \frac{m_a - \left(\frac{m_b (v + 20)}{220}\right)}{s}$$

où

M = migration globale, en mg/dm² de la surface de contact

M_a = masse du résidu provenant du récipient d'essai, après évaporation à sec

m_b = masse de l'essai à blanc, en mg

v = volume du simulant introduit dans le récipient d'essai, en ml

s = surface de contact de l'échantillon, en dm^2

DONNEES DE VALIDATION

La méthode a été testée par un essai interlaboratoire, effectué dans 8 laboratoires, au moyen d'une feuille de PE.

Résultats: 50

Laboratoire	Dosages [mg/dm ²]			x	s
	1er dos.	2ème dos.	3ème dos.		
1	2,3	2,3	2,2	2,3	0,06
2	1,9	2,0	2,0	2,0	0,06
3	2,3	2,4	2,3	2,3	0,06
4	3,1	2,7	3,0	2,9	0,21
5	3,8	3,0	3,1	3,3	0,44
6	3,9	3,8	3,3	3,7	0,32
7	2,7	2,3	3,3	2,8	0,12
8	2,1	2,3	3,3	2,6	0,64

STATISTIQUE

"Méthode robuste", d'après le Chapitre 60 MSDA "Statistique et essais interlaboratoires".

$m = 2,65$	$v_{Kr} = 4,82$	$r = 0,36$
$s_r = 0,13$	$v_{KR} = 22,25$	$R = 1,65$
$s_l = 0,57$		$r/R = 0,22$
$S_R = 0,59$		

4.2.2 Dosage par des méthodes standard de la masse totale de migration dans les simulants de denrées alimentaires

L'application des méthodes ci-après implique la connaissance de la publication "Guide to the selection of conditions and test methods for overall migration" ENV 1186-1 (1)

- Dosage de la migration globale par immersion totale
Material and articles in contact with foodstuffs, Plastics.
Part 3: Test methods for overall migration into aqueous food simulants by total immersion. EN 1186 - 3 (2).
Determination of overall migration into olive oil by total immersion. ENV 1186 - 2 (2).
- Dosage de la migration globale au moyen d'une cellule de migration
Material and articles in contact with foodstuffs. Plastics.
Part 5: Test methods for overall migration into aqueous food simulants by cell.
EN 1186 - 5 (2).
Determination of overall migration into olive oil by cell. ENV 1186 - 4 (2).
- Dosage de la migration globale au moyen de sachets consistant en la matière d'essai ("pouch")
Materials and articles in contact with foodstuffs. Plastics.
Part 7: Test methods for overall migration into aqueous food simulants using a pouch.
EN 1186 - 7 (2).
Determination of overall migration into olive oil using a pouch. ENV 1186 - 6 (2).
- Dosage de la migration globale par remplissage
Material and articles in contact with foodstuffs. Plastics.
Part 9: Test methods for overall migration into aqueous food simulants by article filling.
EN 1186 - 9 (2).
Determination of overall migration into olive oil by article filling. ENV 1186 - 8 (2).
- Test methods for "substitute tests" for overall migration from plastics intended to come into contact with fatty foodstuffs, using test media iso-octane and 95 % ethanol. ENV 1186 - 14 (2).
- Dosage de la migration globale dans certains cas particuliers
Determination of overall migration into olive oil (modified method for use in cases where incomplete extraction of olive oil occurs). ENV 1186 - 10 (2).

- Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln - Kunststoffe - Teil 12: Prüfverfahren für die Gesamtmigration bei tiefen Temperaturen. EN/SN 1186 - 12 (1995) (1).

Determination of overall migration from plastics at high temperature.
ENV 1186 - 13 (2).

Werkstoffe und Gegenstände in Kontakt mit Lebensmitteln - Kunststoffe - Teil 11: Prüfverfahren für die Gesamtmigration in Mischungen aus ¹⁴C-markierten synthetischen Triglyceriden. EN/SN 1186 - 11 (1995) (1).

RÉFÉRENCES

1. *Schweizerische Normen-Vereinigung (SNV)*, Mühlebachstrasse 54, 8005 Zürich.
2. *The European Committee for Standardization*, Infodesk, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.

4.3 Migration spécifique

4.3.1 Dosage de la migration spécifique par des méthodes standard (prEN, EN/SN, BCR)

L'application des méthodes ci-après implique la connaissance de la publication "Guide to the selection of conditions and determination of specific migration and residual monomer for plastics" (3)

Acrylamide

Determination of Acrylamide in food simulants. BCR (4).

Acrylonitrile

Acrylonitril in foodstuffs and food simulants. Projet prEN (3).

Acide amino-11 undécylénique

Determination of 11-Aminoundecanoic acid in food simulants. BCR (4).

Bis(hydroxy-4 phényl)-propane-2,2

Determination of 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan (Bisphenol A) in food simulants. BCR (4).

Bis(hydroxy-4 phényl)-propane-2,2-bis(époxy-2,3 propyl)-éther (BADGE)

Determination of 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan-bis(2,3-epoxypropyl)ether in food simulants. BCR (4).

Determination of 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan-bis(2,3-epoxypropyl)ether). (QM Method). BCR (4).

Analyse von BADGE und BFDGE sowie Reaktionsprodukten mit Wasser und Chlorwasserstoff in Lebensmitteln aus Konservendosen. Laboratoire cantonal Zurich. Cette méthode est continuellement adaptée à l'état des connaissances. La dernière version peut être obtenue auprès de l'Office fédéral de la santé publique, 3000 Berne.

Bis(méthyl-3 hydroxy-4 phényl)-2 indolinone-3,3

Determination of 3,3-Bis(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-indolinon in food simulants. BCR (4).

Butadiène

- 1,3-Butadiene in plastic materials. Projet prEN (3).
- Determination of 1,3-Butadiene in food simulants. BCR (4).

Caprolactame

Determination of Caprolactam in food simulants. BCR (4).

Determination of Caprolactam sodium salt in food simulants. BCR (4).

Chlorure de carbonyle

Determination of residual carbonyl chloride in polymers. BCR (4).

Diéthylèneglycol

Diethylenglycol (DEG) in food simulants. Projet prEN (3).

Dihydroxy-1,2 benzène

Determination of 1,2-Dihydroxybenzene in food simulants. BCR (4)

Dihydroxy-1,3 benzène

Determination of 1,3-Dihydroxybenzene in food simulants. BCR (4).

Dihydroxy-1,4 benzène

Determination of 1,4-Dihydroxybenzene in food simulants. BCR (4).

Dihydroxy-4,4' benzophénone

Determination of 4,4'-Dihydroxybenzophenone in food simulants. BCR (4).

Dihydroxy-4,4' biphényle

Determination of 4,4'-Dihydroxybiphenyl in food simulants. BCR (4).

Diméthylaminoéthanol

Determination of Dimethylaminoethanol in food simulants. BCR (4).

Epichlorhydrine

Determination of the residual content of epichlorohydrin in plastic materials and food contact articles. BCR (4).

Acétate de vinyle

Determination of acetic acid, vinyl ester (vinyl acetate) in foods imulants. BCR (4).

Ethylènediamine

Determination of Ethylenediamine in food simulants. BCR (4).

Ethylène-oxyde (oxirane)

Determination of Ethylene oxide in polymers. BCR (4).

Formaldéhyde

Determination of Formaldehyde in food simulants. BCR (4).

Hexaméthylène diamine

Determination of Hexamethylenediamine in food simulants. BCR (4).

Hexaméthylène tétramine

Determination of Hexamethylenetetramin as formaldehyde in food simulants. BCR (4).

Isocyanate

Isocyanat-Monomer in plastic materials. Projet prEN (3).

Acide maléique

Determination of Maleic acid in food simulants. BCR (4).

Anhydride maléique

Determination of Maleic anhydride in food simulants. BCR (4).

Méthacrylonitrile

Determination of Methacrylonitrile in food simulants. BCR (4).

Méthyl-4 pentène-1

Determination of 4-Methyl-1-pentene in food simulants. BCR (4).

Ethylèneglycol

Monoethylenglycol (MEG) in food simulants. Projet prEN (3).

Octène-1

Determination of 1-Octene in food simulants. BCR (4).

Propylène-oxyde

Determination of Propylene oxide in polymers. BCR (4).

Styrène

Styrene in food simulants. Projet prEN (3).

Acide téréphtalique

Terephthalic acid in food simulants. Projet prEN (3).

Tétrahydrofuranne

Determination of Tetrahydrofuran in food simulants. BCR (4).

Triamino-2,4,6 triazine-1,3,5

Determination of 2,4,6-Triamino-1,3,5-triazine in food simulants. BCR (4).

Triméthylol-1,1,1 propane

Determination of 1,1,1-Trimethylolpropan in food simulants. BCR (4).

Chlorure de vinyle

Bestimmung des Gehalts an Vinylchlorid-Monomer in Bedarfsgegenständen. - Directive 80/766/CEE. Journal officiel des Communautés européennes No L 213, 42-46, 16.8.1980(2).

Chlorure de vinylidène

Determination in plastic materials. Projet prEN (3).

Determination in food simulants. Projet prEN (3).

m-xylylène diamine

Determination of 1,3-Benzemedimethanamine (in food simulants). BCR (4).

RÉFÉRENCES

1. *Schweizerische Normen-Vereinigung (SNV)*, Mühlebachstrasse 54, 8008 Zürich.
2. *Schweizerische Zentrale für Handelsförderung (OSEC)*, Stampfenbachstrasse 85, 8035 Zürich.
3. *The European Committee for Standardization*, Infodesk, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.
4. *European Commission*. BCR Information Chemical Analysis. Office for Official Publications of the European Communities, Bruxelles 1997 EUR 17610 EN. (disponible également sur l'internet à partir de l'automne 1998).

4.3.2 Prediction of specific migration from packaging material into food

This program is a simulation program. It can be used to predict the amount of a substance (additive, contaminant, residual monomer) that migrates from a plastic packaging material into the contained food during a given time. This program is designed as a scientific tool for people active in food packaging: the material producer could check the compliance of a material with the SML values (comparison of Q_m with SML), the laboratory specialist could use the calculated concentrations to design the experimental conditions of a migration test.

4.3.3 Calculation program of the diffusion coefficient from experimental data

This program is a regression program, which allows to fit the best diffusion profile on experimental data and to calculate readily the diffusion coefficient. Transfer of matter by diffusion plays an important role in different area of polymers: stabilisation, dying of synthetic fibres, and of course food packaging. Although the analytical solutions of the differential equations which describes the diffusion processes are known and can be found in many reference books, it is often difficult to extract the diffusion coefficient from experimental data. Generally the experimenter has to develop his own computing program to get the coefficient D . This program is designed as a scientific tool for all people active in measuring diffusion properties of molecules in materials and should be helpful to analyse experimental diffusion measurements which are carried out by standard methods.