

ANNEXE II : Conditions d'essais

Date de mise à jour des critères : 01/04/2017

La vérification de la conformité à l'article 3 du règlement CE n°1935/2004 du 27 octobre 2004 des métaux et alliages est menée dans des denrées alimentaires ou dans les simulants de denrées alimentaires et selon les critères et conditions d'essais figurant dans les parties I et II suivantes :

I Denrées alimentaires et/ou simulants de denrées alimentaires

Prévalence des résultats des essais** : essais de migration/libération dans les denrées alimentaires > essais de migration/libération dans les simulants de denrées alimentaires > spécifications en composition des matériaux et objets*.

**Les spécifications en composition des matériaux et objets présentent notamment un intérêt lorsqu'il n'est pas possible de réaliser des essais de migration/libération.*

***Ceci n'est pas valable dans les cas des matériaux et objets constitués exclusivement d'acier inoxydable ou d'aluminium ou alliage d'aluminium, concernés par un texte réglementaire spécifique.*

➤ Essais dans les denrées alimentaires

En ce qui concerne la sélection des denrées alimentaires, la prise en compte de la teneur naturelle en métaux dans les denrées alimentaires et les essais sur les conditionnements de denrées alimentaires, il y a lieu de se référer au guide technique de la Résolution CM/Res (2013)9.

Des essais sont menés en priorité dans les denrées alimentaires dans les cas suivants :

- quand l'objet est déjà en contact avec la denrée alimentaire (par exemple : aliments en conserve, tonnelets de bière, etc.) ou est spécifiquement destiné à des applications d'emballage (par exemple boîtes de conserve destinées à l'industrie agroalimentaire). Dans la mesure du possible, l'essai est réalisé à la date de péremption des denrées ;
- quand le matériau ou l'objet n'est pas en contact avec une denrée alimentaire (applications hors emballage, par exemple ustensiles utilisés lors de la transformation des aliments), mais que l'usage prévu pour des denrées spécifiées ou groupes de denrées est clairement indiqué ou ne présente aucun doute (exemples : presse-ail, infuseur à thé, etc.)
- quand des conditions physiques extrêmes ou une abrasion ont lieu dans le cadre d'un usage normal et ne peuvent pas être reproduites avec les conditions d'essais au laboratoire (par ex. moulins à poivre, moulins à café ou autres appareils destinés à moulinier des noix, des céréales, etc.).

Dans le cas où la teneur « naturelle » de métal dans les denrées alimentaires est capable d'influencer de manière significative le résultat de l'analyse, il peut être nécessaire d'avoir recours à un simulant de denrée alimentaire, ou à une autre denrée alimentaire, dont le choix doit alors être justifié d'un point de vue scientifique.

Dans les denrées alimentaires, la libération à partir des conditionnements est influencée par les propriétés du matériau d'emballage, les propriétés physiques et chimiques des denrées alimentaires et les conditions ambiantes (traitement thermique des récipients remplis, durée et température de conservation et présence d'oxygène résiduel après scellage...). En

conséquence, les analyses sont réalisées dans les conditions correspondant au pire cas raisonnablement prévisible favorisant la libération des métaux dans le cadre d'un usage normal ou raisonnablement prévisible tenant compte notamment de la durée, de la température de contact et de la composition des denrées (en particulier, pH et nature de tout sel ou acide présent).

Le cas échéant, les vérifications sont opérées sur la denrée alimentaire après sa mise en contact avec les équipements industriels en tenant compte de son cycle de vie (stockage des denrées, transport, utilisation...), ou sur la denrée alimentaire conditionnée jusqu'à sa durée de vie maximale (DLC) ou au moins jusqu'à sa date de durabilité minimale (DDM).

➤ **Essais dans les simulants de denrées alimentaires**

Des simulants de denrées alimentaires sont utilisés:

- quand le matériau ou l'objet est susceptible d'entrer en contact avec des denrées alimentaires très diverses qui ne peuvent pas être classées dans une catégorie particulière d'aliments (par ex. ustensiles de cuisine).
- quand l'usage avec des denrées alimentaires spécifiques ou des groupes de denrées n'est pas connu ou clairement indiqué.
- quand il n'est pas possible de tester la libération à partir des matériaux ou objets directement dans les denrées alimentaires soit pour des raisons techniques (par exemple quand l'analyse au laboratoire est techniquement impossible) ou pour des raisons pratiques (par exemple lorsque les denrées alimentaires ne sont pas disponibles).

Les simulants utilisés sont ceux :

- du tableau 1 suivant pour les essais de libération spécifique de constituants des métaux et alliages non revêtus ou comportant un revêtement de nature métallique :

Type d'aliment	Simulant
Contact avec toutes les denrées alimentaires, dont les denrées acides	Acide citrique 5 g/L*
Contact avec des denrées alimentaires non acides (y compris denrées sèches)	Eau du robinet artificielle **

Tableau 1.

*Monoanhydre

** NF EN 16889 Juillet 2016 - Hygiène alimentaire - Production et distribution de boissons chaudes par des appareils de préparation de boissons chaudes - Exigences sanitaire, essai de migration.

Concentrations approximatives d'ions : calcium 16,4 mg/L, magnésium 3,3 mg/L, sodium 16 mg/L, hydrogénocarbonate 44 mg/L, chlorure 28,4 mg/L, sulfate 13 mg/L.

La valeur du pH doit être ajustée à 7,5.

En cas d'impossibilité technique, il y a lieu d'avoir recours à l'eau déminéralisée.

- du tableau 2 suivant pour les essais de migration/libération spécifique de constituants des métaux et alliages comportant un revêtement de nature organique :

Type d'aliment	Simulant
Contact avec toutes les denrées alimentaires non acides (y compris denrées sèches)	Simulants A, C, D1, D2, E du tableau 1 de l'annexe III du règlement UE n°10/2011, choisis en fonction des denrées alimentaires concernées
Denrées acides (pH ≤ 4,5)	Acide citrique 5 g/L*

Tableau 2.

- du tableau 3 suivant pour les essais de migration globale de métaux et alliages comportant un revêtement de nature organique :

Type d'aliment	Simulant
Contact avec toutes les denrées alimentaires non acides***	Simulants A, C, D1, D2 du tableau 1 de l'annexe III du règlement UE n°10/2011, choisis en fonction des denrées alimentaires concernées
Denrées acides (pH ≤ 4,5)	Ethanol à 10%* pour les conditionnements de denrées alimentaires légers (boîtes boissons, boîtes de conserves, aérosols, opercules de yaourts...)
	Acide acétique 3%** pour les autres applications telles que les ustensiles et articles ménagers (poêles, casseroles, plats...) et les équipements

Tableau 3.

* Des essais sont en cours pour confirmer l'emploi de l'acide citrique 5g/L pour la migration globale pour les conditionnements de denrées alimentaires (boîtes boissons, boîtes de conserve, etc.), avec une méthode dans laquelle la migration globale correspond à la perte de masse de la boîte après contact avec le simulant.

** En cas de dépassement de la limite de migration globale avec le simulant acide acétique 3%, il est possible d'estimer le cas échéant la contribution de l'attaque du support métallique à la migration globale, en quantifiant la fraction métallique de l'extrait. Si cette fraction est significative et supérieure au dépassement de la limite de migration globale, une extraction au chloroforme de la partie organique du résidu de migration peut être réalisée. La masse de cet extrait est alors comparée à la limite de migration globale de 10 mg/dm².

*** Les denrées sèches ne sont pas concernées par les essais de migration globale

II Conditions des essais de migration/libération au laboratoire

La durée et la température de contact des essais représentent les pires conditions d'utilisation prévues ou raisonnablement prévisibles. Ces conditions sont basées sur les conditions d'essais de migration spécifique du règlement (UE) n°10/2011 du 14 janvier 2011.

Il y a lieu de se reporter en premier lieu au tableau 4 suivant pour le choix de ces conditions :

Types d'articles	Conditions d'essais
1) Essais de migration/libération spécifique	
a) Articles qui peuvent être remplis	
Utilisation à température ambiante de longue durée (sans remplissage à chaud)	10 jours à 40°C
Remplissage à chaud* puis le cas échéant conservation de courte durée à température ambiante Exemples : conditionnement de denrée alimentaire, bols, coupelles ...	2 heures à 70°C puis le cas échéant 24 heures à 40°C

Liquides portés à ébullition (articles et ustensiles utilisés pour la cuisson, thermos, etc.)	24h après remplissage à chaud (température de reflux du simulant). Stockage à température ambiante
Toute autre utilisation <i>Articles pour le service à froid (timbales à champagne ou à vin, coupe ou cuillère à glace...) avec T<20°C</i>	Se référer aux conditions d'essais de migration spécifique de l'annexe V du règlement UE n°10/2011. 2h à 22°C (+/-2°C)
b) Articles qui ne peuvent être remplis, avec rapport S/V impossible à estimer	
Ustensiles pour la préparation et le service des aliments, vaisselle, couverts, etc. <i>Articles avec un contact de courte durée tels que ciseaux, agitateurs, etc.</i> <i>Couteaux et des fourchettes de table</i> <i>Cuillères à café ou à soupe</i>	2 heures à 70°C 30 minutes à 70°C 30 minutes à 70°C <i>Des travaux/discussions sont en cours dans le cadre du Conseil de l'Europe en ce qui concerne les conditions d'essais à utiliser pour ce type d'articles</i>
Ustensiles de préparation des aliments à température ambiante durant une courte durée Exemples : presse-ail, râpe à fromage, casse-noisette, épluche-légumes, ouvre-boîte, etc.	30 min à 40°C
Articles tels que : ustensile de cuisine, passoire, presse-purée...	Test entier par immersion dans une hauteur de simulant représentant une utilisation réelle. Les conditions d'essais sont choisies selon l'utilisation spécifique
Articles plats (feuilles, planches à découper...).	Test en immergeant l'article entier ou une portion de l'article de surface approximativement égale à 1 dm ² Dans le cas des planches à découper, le contact avec des denrées alimentaires chaudes est supposé de courte durée. L'essai est effectué pendant 2 heures à 70°C.
Plans de travail	On suppose un contact de longue durée. Les conditions à appliquer pour l'essai sont 10 jours à 40°C
Feuilles de cuisson : cuisson puis conservation de longue durée à température ambiante	2 heures à 100°C puis 10j à 40°C
Toute autre utilisation	Conditions d'essais de migration spécifique de l'annexe V du règlement UE n°10/2011.
2) Essais de migration globale à effectuer sur les métaux et alliages comportant un revêtement organique	

Tous objets et usages	Conditions d'essais de migration globale de l'annexe V du règlement (UE) n°10/2011
-----------------------	--

Tableau 4.

*Contact d'une durée inférieure à 30 minutes à une température inférieure à 100°C.

III Réalisation des essais de migration/libération

Pour les objets à usage répété, dans le cas où les essais sont menés dans les simulants de denrées alimentaires, le contact est effectué trois fois sur chaque échantillon testé, en utilisant chaque fois une nouvelle portion de simulant. Il y a lieu de rincer l'article entre chaque migration réalisée avec de l'eau distillée.

Pour les métaux non revêtus ou comportant un revêtement métallique avec un usage répété, le respect de la limite de libération spécifique de chaque élément est contrôlé à partir du simulant utilisé lors du 3^{ème} contact avec le matériau. Toutefois, la somme des résultats du premier et du deuxième essai ne doit pas dépasser une exposition équivalant à une utilisation journalière pendant une semaine, soit 7 fois la limite de libération spécifique.

Lorsque des **informations d'étiquetage** sont fournies et préconisent des traitements préalables des matériaux et objets avant leur utilisation (ex : nettoyage), ces préconisations sont suivies, à condition toutefois qu'elles ne s'écartent pas des conditions d'usage raisonnablement prévisibles par le consommateur final (se référer aussi au chapitre 3 de la résolution CM/Res(2013)9).

Cet étiquetage doit être approprié, en lien avec l'usage raisonnablement prévisible par le consommateur au vu de la nature de l'objet, et suffisamment clair pour le consommateur.

➤ **Méthode d'analyse des métaux et alliages non revêtus ou comportant un revêtement métallique**

Pour la mesure de la libération spécifique, il y a lieu d'utiliser la **méthode de dosage** proposée au chapitre 3 du guide technique de la Résolution CM/Res(2013)9).

Cette méthode est à adapter à la technique analytique (ICP ou ICP / MS) et selon les limites de détection (LD) et les limites de quantification (LQ) pour chaque élément à doser.

➤ **Méthode d'analyse des métaux et alliages comportant un revêtement organique**
Méthodes pour la migration globale : Cf. normes de la série NF EN 1186.

Méthodes à utiliser pour la migration spécifique : Cf. normes de la série EN 13130 pour certaines méthodes de mesure de la migration spécifique. Cf. aussi normes XP CEN/TS 14234 de mars 2003 (Revêtements en polymère pour papier et carton).

➤ **Calcul des résultats des essais de libération**

Pour les articles de cuisine pour lesquels le calcul de la surface est complexe, il y a lieu d'utiliser la méthode du « volume enveloppe » (annexe II du guide technique sur les métaux et alliages de la Résolution CM/Res(2013)9) qui permet par un calcul simple d'obtenir un résultat de migration en mg/kg.

Pour tous les objets qui ne peuvent pas être remplis et pour lesquels le rapport S/V est impossible à estimer, **le rapport surface/volume conventionnel de 6 dm² pour 1 kg d'aliment ou 1L de simulant fait foi par défaut.**

Pour les matériaux et objets pour lesquels un contact dynamique a lieu (comme certains matériels et équipements utilisés en agroalimentaire), la vérification de la conformité est établie

sur la base des résultats de la migration/libération en contact statique, sur la base des conditions d'usage réelles connues (volume ou masse d'aliments, temps de contact intégré, température...) ou les plus pénalisantes (cas de multi-usages).

Le contact dynamique peut le cas échéant être pris en compte à la suite du résultat de l'essai statique, par calcul, connaissant le débit de denrée alimentaire dans l'objet ou le cas échéant, si le débit peut être variable, un débit minimal peut être calculé permettant de respecter la limite spécifique.