



centre technique  
de la **conservation**  
des **produits**  
**agricoles**

Mai 2014

RAPPORT D'ESSAIS  
BO14A0243 - MS  
version A

Devis N° 3901113  
Commande en date du 28/02/14

Demandeur :

RESOLTECH  
A l'attention de Madame STEMMELEN  
35 impasse Emeri  
13 510 EGUILLES

Echantillons :

Revêtement sur lame de verre **4080 AL Blanc – 4085 AL Blanc.**

Analyses demandées : Etude de conformité au règlement 10/2011/EC

Etude de conformité au règlement 1895/2005/EC

Migration de l'Isophorone diamine

Test d'orientation – Analyse en simple

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale.

Il comporte 6 pages

Rue Henri de Boissieu  
F – 01060 Bourg en Bresse Cedex 9  
Tél. : 04 74.45.52.35  
Fax : 04.74.45.52.36  
E-mail : [bourg@ctcpa.org](mailto:bourg@ctcpa.org)

TVA N° FR 42 775 691 744 – SIRET 775 691 744 00053

**Siège social :** 44, rue d'Alésia – 75682 Paris Cedex 14  
Tél. : 01 53 91 44 44  
Fax : 01 53 91 44  
E-mail : [paris@ctcpa.org](mailto:paris@ctcpa.org)

Établissement reconnu d'utilité publique  
Arrêté ministériel du 11 octobre 1950

## IDENTIFICATION DES ECHANTILLONS ET CONDITIONS DE TESTS

| Référence Client               | Référence CTCPA       | Milieux au contact | Temps de contact /<br>Température de contact | Analyses                                         |
|--------------------------------|-----------------------|--------------------|----------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| 4080 AL Blanc<br>4085 AL Blanc | BO14A0243 -<br>AcAc   | Acide Acétique 3%  | 10 jours à 60°C                              | Dosage du Bisphénol A,<br>BADGE, NOGE et dérivés |
|                                | BO14A0243 –<br>EtOH20 | Ethanol 20%        |                                              |                                                  |
|                                | BO14A0243 –<br>Huile  | Huile de tournesol |                                              |                                                  |
|                                | BO14A0243 -<br>ACN    | Acétonitrile       | 24 heures à 23°C                             | Etude de migration de<br>l'Isophorone diamine    |
|                                | BO14A0243 –<br>EtOH95 | Ethanol 95%        | 10 jours à 60°C                              |                                                  |

## DOCUMENTS DE REFERENCE

- Norme NF EN 13130-1
- Règlement européen n°1935 paru le 27/10/2004
- Règlement européen n°10/2011 paru le 14 janvier 2011 et ses amendements

## A- DOSAGE BISPHEENOL A, BADGE, NOGE et Dérivés

### I/ PROTOCOLE OPERATOIRE

#### Migration dans les simulants gras et aqueux

Des éprouvettes de surface donnée sont mises en contact avec le simulant pendant 10 jours à 60°C. A la fin de cette période de contact, le simulant est recueilli. La migration spécifique du bisphenol A et du BADGE et de ses dérivés est déterminée par HPLC couplée à un fluorimètre.

#### Extraction par l'acétonitrile du matériau

Conformément à la norme 15537, l'étude conformité du matériau vis-à-vis des NOGE est réalisée par extraction du matériau à l'acétonitrile pendant 24 h à 23°C. La quantification des NOGE est faite dans l'acétonitrile par HPLC couplée à un fluorimètre

Les analyses ont été conduites conformément aux protocoles opératoires élaborés au niveau du CEN (15136 et 15537) relatifs à la détermination du BADGE et dérivés chlorés dans les milieux simulateurs d'aliments ou les extraits acétonitrile.

Chaque échantillon a été analysé par HPLC couplée à un détecteur fluorimétrique et ce, avant et après hydrolyse totale des migrants. La concentration des composés présents dans les milieux analysés et la conformité à la limite réglementaire ont été mesurées sur les dérivés hydrolysés après hydrolyse totale du milieu.

La mise en contact du matériau avec les milieux simulateurs et l'acétonitrile a été effectuée au sein de notre laboratoire.

## II/ RESULTATS

### II.1/ Dosage des dérivés du BISPHEENOL A

Le tableau ci-dessous présente l'ensemble des concentrations en Bisphenol A mesurées dans chacun des migrants avant hydrolyse totale.

| Références         | Concentration en Bisphenol A<br>dans les migrants avant<br>hydrolyse totale<br>(mg/kg)** |
|--------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|
| BO14A0243 - AcAc   | 7.00                                                                                     |
| BO14A0243 - EtOH20 | <0,004                                                                                   |
| BO14A0243 - Huile  | <0.01                                                                                    |

\* Conditions de tests : Volume de simulant = 100ml, surface de contact 0.83 dm<sup>2</sup>

\*\* Valeur calculée considérant les conditions expérimentales de contact, les concentrations mesurées dans les 100 ml de la solution test, et les exigences de l'article 17 du règlement 10/2011/EC i.e : résultats exprimés en mg/kg en appliquant un ratio surface volume de 6 dm<sup>2</sup> / kg pour tout échantillon pour lequel le ratio réel surface / volume ne peut être déterminé.

Limite de quantification du Bisphenol A (Acide Acétique 3% - Ethanol 20%); : 0.005 mg/l

Limite de quantification du Bisphenol A (Huile de tournesol); : 0.02 mg/l

Rappel de la limite réglementaire (règlement 2011/10/EC): LMS = 0.6 mg/kg

## II.2/ Dosage des dérivés du BADGE

Le tableau ci-dessous présente l'ensemble des concentrations en BADGE, 2H<sub>2</sub>O mesurées dans chacun des migrants après hydrolyse totale.

| Références         | Concentration en BADGE,2H <sub>2</sub> O dans les migrants après hydrolyse totale (mg/kg)** | Concentration en Chlorohydrines dans les migrants avant hydrolyse totale (mg/kg)** | Concentration en BFDGE,2H <sub>2</sub> O dans les migrants après hydrolyse totale (mg/kg)** |
|--------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| BO14A0243 - AcAc   | 12.86                                                                                       | <0.01                                                                              | < 0.015                                                                                     |
| BO14A0243 - EtOH20 | 0.56                                                                                        |                                                                                    | < 0.015                                                                                     |
| BO14A0243 - Huile  | 0.08                                                                                        |                                                                                    | < 0.015                                                                                     |

\* Conditions de tests : Volume de simulant = 100ml, surface de contact 0.83 dm<sup>2</sup>

\*\* Valeur calculée considérant les conditions expérimentales de contact, les concentrations mesurées dans les 100 ml de la solution test, et les exigences de l'article 17 du règlement 10/2011/EC i.e : résultats exprimés en mg/kg en appliquant un ratio surface volume de 6 dm<sup>2</sup> / kg pour tout échantillon pour lequel le ratio réel surface / volume ne peut être déterminé.

Limite de quantification du BADGE, 2H<sub>2</sub>O et BFDGE, 2H<sub>2</sub>O ; : 0.02 mg/L

Rappel de la limite réglementaire (2005/1895/EC): LMS = 9 mg/kg

## II.3/ Dosage des dérivés du NOGE

| Références      | Concentration en NOGE dans les extraits acétonitrile (mg/6dm <sup>2</sup> ) | Concentration en BFDGE 2H <sub>2</sub> O dans les extraits acétonitrile (mg/L) |
|-----------------|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| BO14A0243 - ACN | < LMS                                                                       | < LMS                                                                          |

Limite de quantification des NOGE : 0.05 mg/l,

Rappel de la limite réglementaire (2005/1895/EC): LMS = 0.2 mg/6 dm<sup>2</sup>

Limite de quantification du BFDGE 2H<sub>2</sub>O (Acétonitrile) : 0.02 mg/L

## B- MIGRATION DE L'ISOPHORONE DIAMINE

### I/ PROTOCOLE OPERATOIRE

Des éprouvettes de surface donnée sont mises en contact avec le simulant à 60°C pendant 10 jours. A la fin de cette période de contact, le simulant est recueilli avant analyse.

Dérivatisation de l'extrait au NBDCL.

L'Isophorone diamine est dosé dans l'éthanol 95% par HPLC/DAD (468nm) en mode phase inverse (colonne C18), avec gradient de solvants.

Etalonnage à partir du simulant témoin dopé en quantités connues de la substance en présence D'un étalon interne.

### II/ RESULTATS

| Référence échantillon | Concentration mesurée (*)<br>(mg/kg) |
|-----------------------|--------------------------------------|
| BO14A0243 – EtOH95%   | < LQ                                 |

\* Volume de simulant = 100 ml, surface de contact estimée à 0.83 dm<sup>2</sup>.

LQ = limite de quantification analytique = 0.5 mg/kg de simulant

Rappel de la limite réglementaire (règlement 2011/10/EC): LMS isophorone diamine = 6 mg/kg

## C- COMMENTAIRES

### Bisphénol A :

La migration du Bisphenol A, dans l'acide acétique 3% est supérieure à la limite réglementaire stipulée dans le règlement 10/2011/EC.

La migration du Bisphenol A, dans l'éthanol 20% et l'huile de tournesol est inférieure à la limite réglementaire stipulée dans le règlement 10/2011/EC.

### BADGE :

La migration du BADGE, dans l'acide acétique 3% est supérieure aux limites réglementaires stipulées dans le règlement 1895/2005/EC.

La migration du BADGE, dans l'éthanol 20% et l'huile de tournesol est inférieure à la limite réglementaire stipulée dans le règlement 10/2011/EC.

### BFDGE et NOGE :

Les concentrations du BFDGE, NOGE dans l'acétonitrile sont inférieures aux limites réglementaires stipulées dans le règlement 1895/2005/EC.

### Isophorone diamine :

Le résultat de migration de l'Isophorone diamine dans l'éthano95% est inférieur à la limite fixée par la réglementation.

Nous restons à votre disposition pour tout complément d'information.

Bourg en Bresse, le 19 Mai 2014



**Philippe SAILLARD**

**Responsable Alimentarité Emballage**

Les résultats mentionnés ne sont applicables qu'aux échantillons, aux produits ou aux matériels soumis au laboratoire du CTCPA et tels qu'ils sont définis dans le présent document



centre technique  
de la **conservation**  
des **produits**  
**agricoles**

**RAPPORT D'ESSAIS BO14A0243**

**Version a**

**Client**

**RESOLTECH**  
**A l'attention de Mme STEMMELLEN**  
**35 impasse Emeri**  
**13 510 EGUILLES**

**Date de réception des échantillons :** 19 Mars 2014

**Date de début d'analyse :** 31 Mars 2014

**Type d'échantillons :** Revêtement sur lame de verre 4080 AL Blanc –  
4085 AL Blanc

**Analyses demandées:** Migration globale

La reproduction de ce rapport d'essai n'est autorisée que sous sa forme intégrale, avec l'autorisation écrite du laboratoire. Il comporte 3 pages (sans annexes).

Rue Henri de Boissieu  
F – 01000 Bourg en Bresse  
Tél. : 04 74.45.52.35  
Fax : 04.74.45.52.36  
E-mail : [bourg@ctcpa.org](mailto:bourg@ctcpa.org)  
TVA N° FR 42 775 691 744 – SIRET 775 691 744 00053

**Siège social :**  
44, rue d'Alésia – 75682 Paris Cedex 14  
Tél. : 01 53 91 44 44  
Fax : 01 53 91 44 00  
E-mail : [paris@ctcpa.org](mailto:paris@ctcpa.org)  
Établissement reconnu d'utilité publique  
Arrêté ministériel du 11 octobre 1950



**ACCREDITATION**  
**N° 1-5328**  
**PORTÉE**  
**DISPONIBLE SUR**  
**www.cofrac.fr**

"Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole ☐"

## 1. IDENTIFICATION DES ECHANTILLONS

| Référence CTCPA | Référence client                                           |
|-----------------|------------------------------------------------------------|
| BO14A0243       | Revêtement sur lame de verre 4080 AL Blanc – 4085 AL Blanc |

## 2. DOCUMENTS DE REFERENCE

- Norme NF EN 1186, parties 1, 2 et 3
- Règlement européen n°1935 paru le 27/10/2004
- Règlement européen n°10/2011 paru le 14 janvier 2011 et ses amendements

## 3. METHODOLOGIE

### Migration dans les simulants aqueux

Des éprouvettes sont mises en contact avec le simulant aqueux. A la fin de cette période de contact, le simulant est recueilli. La migration globale des substances non volatiles de l'échantillon est déterminée par la détermination de la masse de résidu non volatil après évaporation du simulant.

### Migration dans les simulants gras

Des éprouvettes (dont la masse a été mesurée) sont mises en contact avec le simulant à une température et une durée définies préalablement. A la fin de cette période, l'huile est éliminée, les éprouvettes sont séchées et repesées. L'huile absorbée par les éprouvettes est extraite et dosée par chromatographie à phase gazeuse. La migration dans l'huile est calculée en soustrayant la masse d'huile d'olive retenue par l'éprouvette de la masse de l'éprouvette après contact avec l'huile d'olive, puis en soustrayant cette masse de la masse initiale de l'éprouvette.

## 4. CONDITIONS D'ESSAI

|                                                            | Produits avec lequel l'emballage est en contact | Type de simulant  |       |      | Type de contact       | Temps de contact et température des essais |
|------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------|-------------------|-------|------|-----------------------|--------------------------------------------|
|                                                            |                                                 | Ethanol           | Acide | Gras |                       |                                            |
| Revêtement sur lame de verre 4080 AL Blanc – 4085 AL Blanc | Produits aqueux, acides et gras                 | X<br>Ethanol 20 % | X     | X    | Méthode par immersion | 10 jours à 40°C                            |

Alcool : alcool éthylique en solution aqueuse

Acide : acide acétique 3% en solution aqueuse

Gras : huile d'olive.

## 5. RESULTATS

| Référence                                                         | Simulant          | Observations des éprouvettes  | Observations du liquide simulateur | Valeurs individuelles (mg/dm <sup>2</sup> )* | Valeur Moyenne (mg/dm <sup>2</sup> ) |
|-------------------------------------------------------------------|-------------------|-------------------------------|------------------------------------|----------------------------------------------|--------------------------------------|
| <b>Revêtement sur lame de verre 4080 AL Blanc – 4085 AL Blanc</b> | Ethanol 20%       | Aucune modification apparente | Limpide                            | 1.7<br>1.8                                   | 1.8                                  |
|                                                                   | Acide acétique 3% | Aucune modification apparente | Limpide                            | 30.4<br>32.1                                 | 31.3                                 |
|                                                                   | Huile olive       | Aucune modification apparente | Limpide                            | <0.1<br><0.1                                 | <0.1                                 |

\* Volume de simulant = 100 ml, surface de contact estimée à 0.84dm<sup>2</sup>

*Rappel des limites maximales autorisées:*

Pour les simulants aqueux:

10 mg/dm<sup>2</sup> avec un écart analytique de 2 mg/dm<sup>2</sup>

60 mg/kg avec un écart analytique de 12 mg/kg

Pour les simulants gras:

10 mg/dm<sup>2</sup> avec un écart analytique de 3 mg/dm<sup>2</sup>

60 mg/kg avec un écart analytique de 20 mg/kg

## 6. CONCLUSION

Dans les conditions d'essais, pour les échantillons soumis à analyse (**Revêtement sur lame de verre 4080 AL Blanc – 4085 AL Blanc**) :

- les valeurs de migration globale dans le simulant aqueux (alcoolisé jusqu'à 20°) et dans le simulant gras (simulants C et D2 du règlement 2011/10) sont inférieures à la limite fixée par la législation en vigueur.
- les valeurs de migration globale dans le simulant aqueux acide (simulants B du règlement 2011/10) sont supérieures à la limite fixée par la législation en vigueur.

*Remarque : le matériau doit être conforme aux exigences de composition définies aux chapitres II et III du règlement 2011/10 modifié.*

Bourg en Bresse, le 28 Avril 2014

A.PERRIN

Chef d'Unité Emballage

Les résultats mentionnés ne sont applicables qu'aux objets soumis à l'essai.

"Seules certaines prestations rapportées dans ce document sont couvertes par l'accréditation. Elles sont identifiées par le symbole 