

anses

agence nationale de sécurité sanitaire
alimentation, environnement, travail



Connaître, évaluer, protéger

Actualisation des lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine

Avis de l'Anses

Rapport d'expertise collective

Avril 2015

Édition scientifique

anses

agence nationale de sécurité sanitaire
alimentation, environnement, travail



Connaître, évaluer, protéger

Actualisation des lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine

Avis de l'Anses

Rapport d'expertise collective

Avril 2015

Édition scientifique

Le directeur général

Maisons-Alfort, le 22 avril 2015

AVIS

de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail

**relatif aux lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs
utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau
destinée à la consommation humaine**

(Actualisation du rapport n°2007-SA-0086 d'août 2010)

L'Anses met en œuvre une expertise scientifique indépendante et pluraliste.

L'Anses contribue principalement à assurer la sécurité sanitaire dans les domaines de l'environnement, du travail et de l'alimentation et à évaluer les risques sanitaires qu'ils peuvent comporter.

Elle contribue également à assurer d'une part la protection de la santé et du bien-être des animaux et de la santé des végétaux et d'autre part l'évaluation des propriétés nutritionnelles des aliments.

Elle fournit aux autorités compétentes toutes les informations sur ces risques ainsi que l'expertise et l'appui scientifique technique nécessaires à l'élaboration des dispositions législatives et réglementaires et à la mise en œuvre des mesures de gestion du risque (article L.1313-1 du code de la santé publique).

Ses avis sont rendus publics.

L'Anses s'est autosaisie le 17 décembre 2013 afin d'actualiser les « Lignes directrices (LD) relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine » (Anses, 2010)¹.

1. CONTEXTE ET OBJET DE LA SAISINE

Certains matériaux et objets peuvent, au contact d'une eau destinée à la consommation humaine (EDCH), être à l'origine de dégradations de ses qualités organoleptiques, physico-chimiques ou microbiologiques et engendrer, de ce fait, un non-respect des exigences de qualité fixées par le Code de la santé publique (CSP) transposant la directive n°98/83/CE du 3 novembre 1998 relative à la qualité des EDCH. Ainsi, leur mise sur le marché et leur utilisation dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'EDCH sont soumises à des dispositions réglementaires.

Bien qu'au niveau européen, il existe des dispositions légales relatives à l'innocuité des matériaux au contact de l'eau (MCDE) (article 10 de la directive 98/83/CEE et exigence 3 de l'annexe I du règlement n°305/2011/CE), celles-ci ne sont pas suffisamment précises pour permettre un dispositif réglementaire européen harmonisé. Ce sont donc des textes nationaux qui définissent les conditions d'évaluation de l'innocuité sanitaire des MCDE (cf. arrêté du 29 mai 1997 modifié et

¹ Anses (2010). Lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaires des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine. 36 p.

ses circulaires d'application). La mise sur le marché d'un adhésif en France est conditionnée par l'obtention d'un certificat de conformité de la formulation vis-à-vis de listes positives de substances autorisées pour la fabrication de MCDE (CLP), délivré par l'un des laboratoires habilités par le ministère en charge de la santé.

Dans l'objectif d'actualiser les dispositions réglementaires françaises relatives à la mise sur le marché des adhésifs, notamment au regard des travaux en cours de 4 États membres (Allemagne, Pays-Bas, Royaume-Uni et France) qui se sont accordés sur la nécessité d'adopter des pratiques communes ou directement comparables (Travaux dits des « 4MS »), la Direction générale de la santé (DGS) a saisi en 2007 l'Agence pour revoir les conditions d'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs. En 2010, en réponse à cette saisine, l'Anses publiait sous la forme de LD, des recommandations concernant :

- les conditions d'examen de la conformité de la formulation chimique des adhésifs,
- la réalisation d'essais de migration (conditions de mise en eau, paramètres à mesurer dans les eaux d'essais, critères d'acceptabilité).

Ces LD recommandaient notamment la réalisation d'essais de migration selon un protocole basé sur la norme NF EN 12873-2 afin de valider les critères d'acceptabilité proposés. Ainsi, l'Agence a fait réaliser une étude sur les différentes catégories d'adhésifs utilisés au contact des EDCH.

L'Agence s'est autosaisie le 17 décembre 2013 afin d'actualiser ces LD pour :

- prendre en compte les enseignements et résultats de cette étude,
- les harmoniser avec celles relatives aux matériaux organiques élaborées par l'Agence en 2013 (Anses, 2013a ; Anses, 2013b)².

2. ORGANISATION DE L'EXPERTISE

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

L'expertise collective a été confiée au groupe de travail « Évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine » (GT « MCDE »).

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques *via* le site internet de l'Anses (www.anses.fr).

Les travaux d'expertise du GT « MCDE », produits sous la forme d'un rapport, ont été soumis et validés par le CES « Eaux », tant sur les aspects méthodologiques que scientifiques, lors de sa séance du 3 mars 2015.

² Anses (2013a). Avis relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Modalités d'évaluation de la formulation (Saisine 2012-SA-0113). 19p.

Anses (2013b). Avis relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Paramètres à mesurer dans les eaux issues des essais de migration et critères d'acceptabilité (Saisine 2012-SA-0114). 30p.

3. ANALYSE ET CONCLUSIONS DU CES « EAUX »

L'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs doit s'appuyer sur :

- l'examen de leur formulation,
- la réalisation d'essais de migration.

Les résultats de ces évaluations doivent ensuite être comparés aux critères d'acceptabilité.

■ Condition d'examen de la formulation des adhésifs

Pour rappel, les substances entrant dans la formulation des adhésifs doivent être déclarées en totalité et comparées aux substances inscrites sur les listes positives de substances autorisées.

Si sur le principe il est souhaitable que la totalité des substances entrant dans la formulation des adhésifs soit inscrite sur les listes positives, l'utilisation de celles n'y figurant pas, ou de mélanges commerciaux dont le détail de la formulation ne serait pas exigé en raison du faible pourcentage dans la formulation, peut être tolérée.

Le pourcentage massique de non-conformité de la formulation aux listes positives pouvant être toléré est fixé à 0,1 %, valeur retenue par la Commission européenne pour la classification d'une substance ou d'un mélange (article 11 du Règlement CLP (CE) n° 1272/2008 du 16 décembre 2008).

En outre, le respect des quantités maximales résiduelles (QM)³ mentionnées dans les listes positives doit être vérifié lors de l'examen de la formulation ou analytiquement.

■ Essais de migration

Les essais de migration doivent être réalisés suivant la norme NF EN 12873-2⁴.

La préparation des montages et la réalisation des essais sont détaillées dans le rapport du GT « MCDE ». L'actualisation des lignes directrices prend en compte les enseignements issus des essais de migration réalisés sur les différentes catégories d'adhésifs utilisés au contact des EDCH (cf. annexe 3 du rapport du GT « MCDE »).

Pour les adhésifs destinés à être utilisés au contact des eaux froides, les essais de migration doivent être réalisés à la température de $23 \pm 2^\circ\text{C}$, d'une part avec de l'eau chlorée dont la teneur en chlore libre doit être égale à $1 \pm 0,2$ mg/L de Cl_2 , et d'autre part avec de l'eau non chlorée.

Pour les adhésifs destinés à être utilisés également au contact des eaux chaudes, des essais de migration complémentaires doivent être réalisés avec une eau non chlorée dont la température est comprise entre 60 et 85°C suivant l'usage envisagé de l'adhésif.

Les paramètres pertinents retenus doivent être mesurés sur les trois eaux de migration et le critère d'acceptabilité doit être vérifié sur la troisième eau de migration, quelle que soit la température.

Un facteur de conversion (FC) de 0,04 doit être appliqué pour comparer les résultats des essais de migration pour les substances organiques ou inorganiques avec les critères d'acceptabilité

³ Pour les substances instables dans l'eau ou pour lesquelles il n'existe pas de méthode d'analyse appropriée, le contrôle de la conformité s'effectue en vérifiant la teneur résiduelle exprimée en mg/kg dans le produit final.

⁴ Norme NF EN 12873-2. Juin 2005. Influence sur l'eau des matériaux destinés à entrer en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine – Influence de la migration – Partie 2 : méthode d'essai des matériaux appliqués sur site excepté les matériaux métalliques et ceux à base de ciment. Paris. AFNOR, 2005. 27p.

proposés fixés dans l'eau délivrée au robinet du consommateur. Pour les paramètres organoleptiques, l'eau de migration doit être diluée d'un facteur équivalent à la valeur du FC avant d'être analysée, les valeurs ainsi mesurées étant alors directement comparées aux critères d'acceptabilité.

Les paramètres retenus doivent être analysés selon les normes mentionnées dans le tableau I qui précise également les critères d'acceptabilité proposés.

Tableau I : Synthèse des paramètres et critères d'acceptabilité retenus pour l'évaluation des adhésifs utilisés au contact des eaux destinées à la consommation humaine.

| | Paramètres | Norme de mise en eau | Normes d'analyse | Critères d'acceptabilité (eau issue de la troisième période de migration) | Unités |
|---------|--|------------------------------------|--|---|---------------|
| Série 1 | Odeur et flaveur | NF EN 12873-2 | NF EN 1622 | ≤ 4 | Seuil |
| | Couleur | | NF EN ISO 7887 | ≤ 10 | mg/L Pt/Co |
| | Turbidité | | NF EN ISO 7027 | ≤ 0,5 | NFU |
| COT | NF EN 1484 | | ≤ 0,5 | mg/L | |
| Série 2 | Substances présentes à plus de 0,1 % en masse dans la formulation et ayant une CMT _{robinet} ⁵ ou LMS _{aliment} mentionnée dans les LP ⁶ | | Analyse | ≤ CMT _{robinet} ou LMS _{aliment} /20 (BPA : ND) | µg/L |
| | Profil CG-SM | | pr NF EN 15768 | ≤ 1 ⁷ | µg/L |
| | Éléments métalliques présents dans la formulation et disposant d'une limite (LQ) ou d'une référence de qualité (RQ) fixée dans l'arrêté du 11 janvier 2007 | | NF EN ISO 17294-2 + NF EN 1483 ou NF EN ISO 17852 ou NF EN 12338 pour le mercure | ≤ 0,1 x LQ (ou RQ) | µg/L |
| | THM totaux pour les essais en eau chlorée uniquement | NF EN ISO 10301 ou NF EN ISO 15680 | ≤ 10 | µg/L | |

■ Conclusions

Le CES « Eaux », s'appuyant sur le rapport du GT « MCDE » et tenant compte des enseignements et des résultats de l'étude relative aux essais de migration réalisés tel que demandé dans le rapport de 2010 de la saisine n°2007-SA-0086 et des préconisations des avis de 2013 (Anses, 2013a et 2013b) sur les matériaux organiques recommande :

- 1- Concernant les conditions d'examen de la formulation :

⁵ Les CMT_{robinet} de la « Combined List » correspondent aux limites de migration spécifiques mentionnées dans les listes positives de référence, établies pour les matériaux destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires (LMS_{aliment}) et adaptées aux matériaux destinés à entrer en contact avec l'EDCH (LMS_{eau}). CMT_{robinet} = LMS_{eau} = LMS_{aliment}/20.

⁶ En cas de difficulté analytique, le pétitionnaire devra fournir une méthode d'analyse ayant une sensibilité suffisante pour vérifier les restrictions d'usage de la substance.

⁷ Critère d'acceptabilité de 1 µg/L par substance, quantité exprimée par rapport à la réponse de l'étalon interne le plus proche.

- a. que les substances entrant dans la formulation des adhésifs soient connues en totalité et comparées aux substances inscrites sur les listes positives (LP) de substances autorisées pour la fabrication des MCDE,
 - b. de tolérer un pourcentage de non-conformité de la formulation de 0,1 %⁸ pour les substances ne figurant pas sur les LP ou pour les mélanges commerciaux dont le détail de la formulation ne serait pas exigé en raison du faible pourcentage dans la formulation ;
- 2- Concernant les essais de migration :
- a. que les essais de migration soient réalisés selon la norme NF EN 12873-2 et qu'un facteur de conversion (FC) de 0,04 soit utilisé pour comparer les résultats des essais de migration avec les critères d'acceptabilité proposés fixés pour la qualité de l'eau délivrée au robinet du consommateur,
 - b. d'analyser les paramètres dans les eaux issues des essais de migration (eaux des trois premières périodes de migration) et de vérifier les critères d'acceptabilité sur l'eau de la troisième période de migration (tableau I).

4. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS DE L'AGENCE

L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail adopte la conclusion et les recommandations du CES « Eaux ».

Les lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine constituent une base de réflexion en vue de l'élaboration d'une procédure commune aux « 4MS » (Allemagne, Pays-Bas, Royaume-Uni et France) pour l'autorisation des matériaux organiques. Elles devront être mises à jour à la lumière des travaux en cours au niveau des « 4MS ».

Marc Mortureux

MOTS-CLES

Adhésifs, matériaux au contact de l'eau, eaux destinées à la consommation humaine

⁸ La somme des teneurs en masse des substances non inscrites sur les listes positives ne doit pas dépasser 0,1 % de la masse totale des substances introduites au départ dans la fabrication de l'adhésif.

**Lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité
sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de
production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la
consommation humaine**

(Actualisation du rapport n°2007-SA-0086 d'août 2010)

Saisine 2013-SA-0230

**RAPPORT
d'expertise collective**

Comité d'experts spécialisé « Eaux »

Groupe de travail « Matériaux au contact de l'eau (MCDE) »

Mars 2015

Mots clés

Eau destinée à la consommation humaine, matériaux au contact de l'eau, adhésifs à base de solvants, adhésifs obtenus par polymérisation.

Présentation des intervenants

PRÉAMBULE : Les experts externes, membres de comités d'experts spécialisés, de groupes de travail ou désignés rapporteurs sont tous nommés à titre personnel, *intuitu personae*, et ne représentent pas leur organisme d'appartenance.

GROUPE DE TRAVAIL

Président

M. Jean BARON – Responsable du département recherche et développement / Docteur en sciences - Eau de Paris - Matériaux au contact de l'eau (MCDE), chimie de l'eau, vieillissement et corrosion des matériaux.

Membres

Mme Christelle AUTUGELLE – Responsable de laboratoire / Ingénieur – CARSO-LSEHL – Essais de migration, listes positives, formulations, normes et réglementations communautaires.

M. Olivier CORREC – Ingénieur de recherche / Docteur en sciences – Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB) – Chimie de l'eau, modélisation des réseaux intérieurs, corrosion.

M. Xavier DAUCHY – Chef d'unité / Docteur-Ingénieur – Anses, Laboratoire d'hydrologie de Nancy (LHN) – Chimie de l'eau, analyses d'eau.

Mme Sophie HERAULT – Règlementation MCDE, European Acceptance scheme (EAS).

- Avant février 2014 : Responsable du service « Eaux » de l'Agence régionale de santé Ile-de-France.
- Après février 2014 : Adjointe au chef de bureau / Ingénieur du génie sanitaire – Bureau environnement extérieur et produits chimiques (EA1) de la Direction générale de la santé (DGS).

M. Michel JOYEUX – Directeur recherche développement et qualité de l'eau/Docteur en médecine, docteur en sciences – Eau de Paris – Toxicologie, évaluation de risques sanitaires, MCDE.

Mme Maud LANÇON — Essais de migration, listes positives, formulations, normes et réglementations communautaires.

- Avant mars 2014 : Responsable de département à Eurofins Expertises Environnementales.
- Après mars 2014 : Responsable essais produits du laboratoire MCDE / Ingénieur – CARSO-LSEHL.

M. Pierre LEROY – Conseil en corrosion et entartrage des réseaux, équilibre calco-carbonique.

COMITÉ D'EXPERTS SPÉCIALISÉ

Les travaux, objets du présent rapport ont été suivis et adoptés par le CES « Eaux » le 3 mars 2015.

Président

M. Yves LÉVI – Professeur des universités – Université Paris 11 Sud – Santé publique, chimie de l'eau (émergents), évaluation de risques sanitaires, écologie microbienne.

Membres

Mme Claire ALBASI – Directrice de recherche / Docteur ingénieur – UMR 5503, Laboratoire de génie chimique (LGC), CNRS-INPT-UPS, Toulouse – Produits et procédés de traitement de l'eau (membranes), assainissement, chimie de l'eau, réutilisation d'eaux alternatives.

Mme Sophie AYRAULT – Chef d'équipe / Docteur habilité à diriger des recherches – CEA, Gif-sur-Yvette – Géochimie, chimie de l'eau (chimie minérale).

M. Jean BARON – Responsable du département recherche et développement / Docteur en sciences - Eau de Paris - Matériaux au contact de l'eau (MCDE), produits et procédés de traitement de l'eau (filiales de traitement), chimie de l'eau.

M. Jean-Luc BOUDENNE – Chef d'équipe développements métrologiques et chimie des milieux / Professeur d'université – Université Aix-Marseille – Produits et procédés de traitement de l'eau (UV, résines), chimie de l'eau.

Mme Véronique BOUVARD – Spécialiste scientifique / Docteur en sciences – CIRC / OMS, Lyon – Toxicologie (cancérogénèse), microbiologie et virologie.

Mme Corinne CABASSUD – Responsable d'axe de recherche / Professeure des universités – INSA, Toulouse – Produits et procédés de traitement de l'eau (membranes), chimie de l'eau.

M. Jean CARRÉ – Enseignant chercheur / Professeur – EHESP, Rennes – Hydrogéologie et ressources en eau (périmètres de protection des captages et expérience terrain).

Mme Catherine CHUBILLEAU – Praticien hospitalier / Docteur en pharmacie, docteur es sciences – Centre hospitalier de Niort – Épidémiologie, évaluation de risques sanitaires, microbiologie de l'eau.

M. Olivier CORREC – Ingénieur de recherche / Docteur en sciences – Centre Scientifique et Technique du Bâtiment (CSTB) – MCDE (réseaux intérieurs).

M. Christophe DAGOT – Directeur adjoint / Professeur – ENSIL, Limoges – Assainissement, réutilisation d'eaux alternatives.

Mme Isabelle DUBLINEAU – Chargée de mission auprès du directeur de la radioprotection de l'homme / Docteur habilité à diriger des recherches – IRSN, Fontenay-aux-Roses – Toxicologie (faibles doses), épidémiologie.

Mme Sylvie DUBROU – Directeur de laboratoire / Pharmacienne – Laboratoire d'hygiène de la ville de Paris (LHVP) – Microbiologie de l'eau (bactériologie, analyses).

M. Robert DURAN – Responsable d'équipe / Professeur des universités – Université de Pau et des Pays de l'Adour – Écotoxicologie, biodégradation et biotransformation.

M. Stéphane GARNAUD – Responsable technique eau et assainissement / Docteur en sciences – Mairie de Saint-Maur-des-Fossés – Assainissement, réutilisation d'eaux alternatives.

M. Jean-François HUMBERT – Directeur de recherche / Docteur habilité à diriger des recherches – UMR BIOENCO, INRA, Paris – Microbiologie de l'eau (cyanobactéries), écologie microbienne.

M. Michel JOYEUX – Directeur recherche développement et qualité de l'eau / Docteur en médecine, docteur en sciences – Eau de Paris – Toxicologie, évaluation de risques sanitaires, santé publique.

Mme Colette LE BÂCLE – Conseiller médical en santé au travail, pilote de la thématique risques biologiques / médecin du travail – INRS, Paris – Santé travail, microbiologie de l'eau.

M. Benjamin LOPEZ – Chef de projet / Docteur en sciences – BRGM, Orléans – Hydrogéologie et ressources en eau (modélisation).

M. Jacques-Noël MUDRY – Professeur d'hydrogéologie – Université de Franche Comté, Besançon – Hydrogéologie et ressources en eaux (périmètres de protection des captages et expérience terrain).

M. Daniel PERDIZ – Maître de conférences / Pharmacien toxicologue – Université Paris 11 Sud – Toxicologie (génétoxicité et perturbateurs endocriniens dans l'eau), évaluation de risques sanitaires.

Mme Fabienne PETIT – Enseignant chercheur / Professeur des universités – Université de Rouen / UMR CNRS M2C – Écologie microbienne.

M. Mohamed SARAHA – Professeur des universités – Université Blaise Pascal, Institut de chimie de Clermont-Ferrand – Produits et procédés de traitement de l'eau (photochimie, oxydation avancée), chimie de l'eau (chimie réactionnelle).

Mme Marie-Pierre SAUVANT ROCHAT – Chef de service / Professeur de santé publique – Université d'Auvergne / Faculté de pharmacie, Clermont-Ferrand – Santé publique, épidémiologie, évaluation de risques sanitaires.

Mme Michèle TREMBLAY – MD conseil en santé au travail et en maladies infectieuses / MD spécialiste en santé communautaire – Direction de santé publique de Montréal / Institut de santé publique du Québec – Santé travail, microbiologie de l'eau.

Mme Michèle VIALETTE – Chef de service / Docteur habilité à diriger des recherches - Institut Pasteur de Lille – Microbiologie de l'eau (bactéries et virus hautement pathogènes).

Mme Bénédicte WELTÉ – Directrice adjointe de recherche du développement et de la qualité de l'eau / Docteur en sciences – Eau de Paris – Produits et procédés de traitement de l'eau (tous procédés, filières de traitement), chimie de l'eau.

PARTICIPATION ANSES

Coordination et contribution scientifiques

Mme Anne NOVELLI – Adjointe au chef d'unité – Direction de l'évaluation des risques – Unité d'évaluation des risques liés à l'eau.

Mme Marie TEYSSANDIER – Chargée de projet scientifique – Direction de l'évaluation des risques – Unité d'évaluation des risques liés à l'eau.

Contribution scientifique

Mme Pascale PANETIER – Chef d'unité – Direction de l'évaluation des risques – Unité d'évaluation des risques liés à l'eau.

Secrétariat administratif

Mme Séverine BOIX – Direction de l'évaluation des risques.

Mme Agnès BRION – Direction de l'évaluation des risques.

SOMMAIRE

| | |
|--|-----------|
| Présentation des intervenants | 3 |
| Sigles et abréviations | 8 |
| Glossaire | 9 |
| Liste des tableaux | 11 |
| | |
| 1 Contexte, objet et modalités de traitement de la saisine..... | 12 |
| 1.1 Contexte | 12 |
| 1.2 Objet de la saisine | 13 |
| 1.3 Modalités de traitement de la saisine | 13 |
| 1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts | 14 |
| | |
| 2 Les adhésifs | 15 |
| 2.1 Adhésifs utilisés dans les systèmes de production, de distribution et de conditionnement d'eaux destinées à la consommation humaine | 15 |
| 2.2 Dispositions réglementaires | 15 |
| 2.2.1 En France | 15 |
| 2.2.1.1 Mise sur le marché des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine..... | 15 |
| 2.2.1.2 Utilisation de matériaux et objets entrant en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine ... | 16 |
| 2.2.1.3 Dispositions spécifiques relatives aux adhésifs destinés à entrer en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine..... | 16 |
| 2.2.2 À l'étranger..... | 17 |
| 2.2.3 Adhésifs utilisés dans les emballages alimentaires | 19 |
| 2.3 Documents Techniques | 19 |
| | |
| 3 Bilan des essais de migration | 21 |
| 3.1 Difficultés de mise en œuvre des essais | 21 |
| 3.1.1 Cas des adhésifs à base de solvants | 21 |
| 3.1.2 Cas des adhésifs obtenus par polymérisation..... | 21 |
| 3.1.3 Cas des montages témoin | 22 |
| 3.2 Difficultés d'interprétation des résultats | 22 |
| | |
| 4 Évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs | 23 |
| 4.1 Condition d'examen de la formulation des adhésifs | 23 |
| 4.2 Essais de migration | 25 |
| 4.2.1 Préparation des montages..... | 25 |
| 4.2.2 Réalisation des essais | 26 |
| 4.2.3 Paramètres à analyser..... | 27 |
| 4.2.4 Critères d'acceptabilité | 27 |
| 4.2.5 Variantes..... | 29 |
| | |
| 5 Conclusions..... | 31 |
| | |
| 6 Bibliographie, règlements et normes | 32 |

| | |
|---|-----------|
| 6.1 Publications | 32 |
| 6.2 Normes | 33 |
| 6.3 Législation et réglementation..... | 34 |
| | |
| ANNEXES..... | 36 |
| Annexe 1 : Décision d'autosaisine | 37 |
| Annexe 2 : Suivi des actualisations du rapport | 39 |
| Annexe 3 : Rapport de l'étude de 2012 | 40 |
| Annexe 4 : Comparaison des essais de migration sur les adhésifs réalisés par différents pays | 61 |
| Annexe 5 : Adhésifs utilisés dans les systèmes de production, de distribution et de conditionnement d'eaux destinées à la consommation humaine | 63 |
| Annexe 6 : Listes positives de référence | 65 |
| Annexe 7 : Calcul pour déterminer le facteur de conversion (FC) | 66 |
| Annexe 8 : Logigramme du mode opératoire des essais de migration | 68 |

Sigles et abréviations

4MS : 4 États membres : France, Allemagne, Royaume-Uni et Pays-Bas.

ACS : attestation de conformité sanitaire.

ATEC : avis technique.

CG-SM : couplage d'une chromatographie en phase gazeuse avec une spectrométrie de masse.

CLP : certificat de conformité aux listes positives.

CMT_{robinet} : Concentration maximale tolérée au robinet du consommateur.

COT : carbone organique total.

CSP : code de la santé publique.

DN : diamètre nominal.

DTU : document technique unifié.

EDCH : eau destinée à la consommation humaine.

LP : liste positive.

LD : lignes directrices.

LMS : Limite de migration spécifique.

MCDE : matériaux au contact de l'eau (matériaux des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine).

MEC : méthyl éthyl cétone.

PN : pression nominale.

PTFE : polytétrafluoroéthylène.

PVC : polychlorure de vinyle.

PVC-C : polychlorure de vinyle surchloré.

S/V : rapport surface de matériau / volume d'eau.

THF : tétrahydrofurane.

THM : trihalométhanes.

Glossaire

Accessoires (pompes, vannes, robinets, etc.) : produits finis utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine mais n'ayant pas de fonction de traitement de l'eau. Ils sont constitués d'au moins deux matériaux.

Adhésif¹: substance non métallique capable de joindre des matériaux par collage des surfaces (adhésion), le joint ayant une résistance interne adéquate (cohésion).

Attestation de conformité sanitaire : preuve apportée par le responsable de la mise sur le marché qui garantit la conformité du produit à la réglementation en vigueur. Elle est délivrée par un laboratoire habilité par le ministre chargé de la santé en application de l'article R*. 1321-52 du code de la santé publique.

Brasure : assemblage de pièces métalliques à l'aide d'un métal d'apport en fusion de nature différente des pièces à assembler.

Collage : assemblage de pièces au moyen d'un adhésif.

Colle : adhésif aqueux spécifiquement conçu pour coller du bois ainsi que d'autres substrats poreux.

Composition : quantités respectives de chaque substance entrant dans la fabrication du produit fini.

Constitution : liste des substances entrant dans la fabrication du produit fini.

Eau d'essai : eau mise en contact avec les échantillons lors des essais de migration et qui doit avoir des caractéristiques physico-chimiques définies dans les normes applicables pour les essais de migration.

Eau témoin : eau obtenue et conservée dans les mêmes conditions que l'eau d'essai à l'exception de la mise en contact avec l'échantillon d'essai.

Essai de migration : mise en œuvre du protocole d'essai dans le but de mettre en évidence la migration de substances issues des adhésifs.

Étanchéité : barrière efficace entre deux milieux.

Formulation (constitution et composition) : nature et quantités relatives de toutes les substances entrant dans la fabrication d'un produit fini (adhésif par exemple).

Listes positives de référence : listes de substances chimiques autorisées dans la formulation de matériaux entrant en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine.

Matériaux :

- composés organiques et/ou minéraux destinés à la fabrication de structures ;
- au sens de l'article R. 1321-48 du CSP : produits finis utilisés dans les installations de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine servant à acheminer l'eau sans en modifier sa composition physico-chimique ou

¹ Définition de la norme NF EN 923 + A1 (Mai 2008) : Adhésifs – termes et définitions.

microbiologique. C'est le cas notamment des tuyaux, des raccords, des revêtements, des joints, *etc.*), quelle que soit la matière constitutive (métallique, minérale, organique, *etc.*). Ils peuvent être fabriqués en usine ou mis en œuvre *in situ*, notamment pour la fabrication, la réparation ou la réhabilitation. Les adhésifs constituent une catégorie de matériaux.

Mélange² : mélange (ou solution) constitué de deux substances ou plus.

Migration : processus de transfert de substances de l'échantillon testé vers l'eau d'essai.

Produit de jointoiment : produit destiné à assurer l'étanchéité entre deux pièces.

Ruban adhésif : support ou endos souple revêtu par un adhésif.

Sertissage : assemblage mécanique qui consiste à plier deux tôles de telle sorte qu'elles soient insérées l'une dans l'autre, les bords étant ensuite pliés l'un sur l'autre pour former un joint serré.

Soudure autogène : soudure de deux pièces de métal de même nature par fusion de ces pièces.

Substance² : élément chimique et ses composés, à l'état naturel ou obtenus par un processus de fabrication, y compris tout additif nécessaire pour en préserver la stabilité et toute impureté résultant du processus mis en œuvre, mais à l'exclusion de tout solvant qui peut être séparé sans affecter la stabilité de la substance, ni modifier sa composition.

Zone d'interaction eau-matériau : épaisseur de pénétration de l'eau dans le matériau où une extraction des substances du matériau par l'eau peut se produire.

² Définition du règlement (CE) n° 1272/2008 du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 2008 relatif à l'étiquetage et à l'emballage des substances et des mélanges, modifiant et abrogeant les directives 67/548/CEE et 1999/45/CE et modifiant le règlement (CE) n° 1907/2006.

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau 1 : Synthèse des paramètres et critères d'acceptabilité retenus | 29 |
| Tableau 2 : Essais de migration réalisés sur les adhésifs par différents pays | 61 |
| Tableau 3 : Méthode de calcul du rapport surface / volume | 66 |

1 Contexte, objet et modalités de traitement de la saisine

1.1 Contexte

Certains matériaux et objets peuvent, au contact d'une eau destinée à la consommation humaine (EDCH), être à l'origine de dégradations de ses qualités organoleptiques, physico-chimiques ou microbiologiques et engendrer, de ce fait, un non respect des exigences de qualité fixées par le code de la santé publique (CSP) transposant la directive n° 98/83/CE du 3 novembre 1998 relative à la qualité des EDCH.

Même si cette directive relative à la qualité des EDCH (*cf.* article 10) et le règlement n° 305/2011/CE du 9 mars 2011 relatif aux produits de construction (*cf.* exigence 3 de l'annexe I) définissent des exigences relatives à l'innocuité sanitaire des matériaux au contact de l'eau (MCDE), elles ne sont pas suffisamment précises pour permettre un dispositif réglementaire européen harmonisé.

Actuellement, il n'existe pas de procédure européenne harmonisée d'autorisation des matériaux entrant en contact avec l'EDCH. Cependant, des travaux de coopération entre la France, l'Allemagne, le Royaume-Uni, les Pays-Bas et le Portugal sont en cours dans le champ de la réglementation relative aux MCDE (travaux dits des « 4 MS »³). L'objectif de ces travaux est d'adopter à terme des pratiques communes ou directement comparables. Les « 4 MS » se sont accordés sur la nécessité de bâtir un système d'autorisation des matériaux reposant sur :

- le respect de la formulation vis-à-vis de listes positives (LP) de substances autorisées pour la fabrication de MCDE,
- la réalisation d'essais de migration,
- le contrôle régulier de la production en usine (audits) par un organisme tiers en charge également du prélèvement des échantillons pour essais (système 1+ d'évaluation et de vérification de la constance des performances du règlement 305/2011/CE).

Actuellement en France, la mise sur le marché des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec de l'EDCH d'une part et leur utilisation dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau d'autre part sont soumises aux dispositions réglementaires des articles R. 1321-48 et 49 du CSP.

Les modalités de vérification de la conformité sanitaire des matériaux et objets organiques (éventuellement renforcés par des fibres) et des accessoires sont décrites dans les textes pris en application du CSP : arrêté du 29 mai 1997 modifié, circulaires DGS/VS4 n° 99/217 du 12 avril 1999, DGS/VS4 n° 2000/232 du 27 avril 2000, DGS/SD7A/2002/571 du 25 novembre 2002 et DGS/SD7A/2006/370 du 21 août 2006.

Dans le cas des matériaux et objets organiques, l'obtention d'une attestation de conformité sanitaire (ACS), délivrée par l'un des laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé, constitue une preuve du respect des prescriptions réglementaires.

³ 4 MS signifiant 4 États membres. Signature, en décembre 2010, d'une déclaration d'intention par les autorités compétentes respectives des 4 MS : www.sante.gouv.fr/IMG/pdf/4MS_Declaration_of_Intent_signedVF-4MS.pdf.

L'ACS est délivrée sous réserve que :

- les constituants entrant dans la fabrication du matériau figurent sur les listes positives de substances autorisées par la réglementation,
- les résultats des essais de migration réalisés sur le matériau soient conformes aux critères d'acceptabilité définis dans la réglementation.

Pour les adhésifs, jusqu'à présent et en l'absence de protocole d'essais de migration validé, il n'était exigé que l'obtention d'un certificat de conformité de la formulation chimique vis-à-vis de listes positives de substances chimiques de référence (CLP), délivrée par l'un des laboratoires habilités par le ministère en charge de la santé, comme preuve du respect des prescriptions réglementaires⁴.

1.2 Objet de la saisine

En 2010, l'Anses a publié des lignes directrices (LD) pour l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'EDCH (Anses, 2010a).

Ces LD précisent les conditions d'obtention d'une ACS pour les adhésifs et visent :

- la nature des informations à fournir par les responsables de la mise sur le marché des adhésifs pour l'obtention d'une ACS,
- les conditions d'examen de la conformité de la formulation chimique des adhésifs,
- la nature des essais de migration à réaliser comprenant les conditions de mise en eau et les paramètres à mesurer dans les eaux d'essais,
- les critères d'acceptabilité des adhésifs.

Ces dernières recommandaient la réalisation d'essais de migration selon un protocole basé sur la norme NF EN 12873-2 et, dans l'attente de la réalisation de ces derniers, proposaient des critères d'acceptabilité provisoires. Ainsi, l'Agence a fait réaliser des essais de migration sur les différentes catégories d'adhésifs utilisés au contact des EDCH.

L'Agence s'est autosaisie le 17 décembre 2013 afin d'actualiser les LD datant de 2010 (cf. annexe 1) :

- en prenant en compte les enseignements et résultats issus de cette étude (cf. chapitre 3 et annexe 3),
- pour les harmoniser avec celles relatives aux matériaux organiques élaborées en 2013 (Anses, 2013a ; Anses, 2013b).

Le rapport intègre dans sa présentation l'ensemble des étapes de la procédure d'évaluation des adhésifs qu'elles aient été modifiées ou non. Il s'agit donc d'une actualisation du rapport n°2007-SA-0086 (cf. annexe 2).

1.3 Modalités de traitement de la saisine

L'expertise a été réalisée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

⁴ Il convient de noter que la dénomination « adhésifs » intègre les colles et que l'appellation « colles et adhésifs » de la réglementation actuelle est impropre.

L'expertise collective a été confiée au groupe de travail (GT) « Évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) » mis en place le 21 décembre 2011.

L'analyse conduite et les conclusions des travaux du GT ont été adoptées par le comité d'experts spécialisé (CES) « Eaux » le 3 mars 2015.

1.4 Prévention des risques de conflits d'intérêts.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques *via* le site internet de l'Anses (www.anses.fr).

2 Les adhésifs

Il existe plusieurs modes d'assemblage des matériaux entre eux : les soudures autogènes, les brasures, l'assemblage mécanique et le collage. Parfois, l'étanchéité de ces modes d'assemblage, doit être assurée à l'aide de produits de jointoiement parmi lesquels se trouvent notamment :

- les joints qui en tant que matériaux organiques doivent être conformes à l'annexe 3 de l'arrêté du 29 mai 1997 modifié,
- les lubrifiants dont certains sont utilisés comme auxiliaires d'étanchéité et de montage. Les LD pour l'évaluation de leur innocuité sanitaire font l'objet d'un rapport séparé (Anses, 2010b),
- les rubans de polytétrafluoroéthylène (PTFE) qui peuvent être apparentés à des joints et doivent être conformes à l'annexe 3 de l'arrêté du 29 mai 1997 modifié,
- les adhésifs.

Les adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'EDCH sont concernés par les dispositions réglementaires suivantes.

2.1 Adhésifs utilisés dans les systèmes de production, de distribution et de conditionnement d'eaux destinées à la consommation humaine

Les adhésifs peuvent être classés en fonction de leur composition, de leurs propriétés, de leurs performances, de leur application spécifique, de leur état physique et du procédé d'application (Matériaux & techniques, 1980).

Deux grandes catégories d'adhésifs sont utilisées dans les systèmes de production, de distribution et de conditionnement d'EDCH (cf. annexe 5) :

- les adhésifs à base de solvants pour les tubes et les raccords en polychlorure de vinyle (PVC) et en PVC chloré (PVC-C),
- les adhésifs obtenus par polymérisation.

2.2 Dispositions réglementaires

2.2.1 En France

2.2.1.1 Mise sur le marché des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine

Conformément aux dispositions du code de la consommation, il appartient à tout responsable de la mise sur le marché de produits de s'assurer que ceux-ci sont propres à l'usage qui en sera fait, qu'ils respectent les prescriptions en vigueur et ne sont pas susceptibles de constituer un danger pour la santé des consommateurs. L'article L. 121-1 précise que : « *est interdite toute publicité comportant, sous quelque forme que ce soit, des allégations, indications ou présentations fausses ou de nature à induire en erreur [...]* » et l'article L. 212-1 précise que « *dès la première mise sur le marché, les produits doivent répondre aux prescriptions en vigueur relatives à la sécurité et à la santé des personnes, à la loyauté des transactions commerciales et à la protection des consommateurs. Le responsable de la première mise sur le marché d'un produit est donc tenu de vérifier que celui-ci est conforme aux prescriptions en vigueur [...]* ».

Conformément aux dispositions de l'article R. 1321-48 du CSP, « *les matériaux et objets mis sur le marché et destinés aux installations de production, de distribution et de conditionnement qui entrent en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine doivent être conformes à des dispositions spécifiques définies par arrêté du ministère chargé de la santé visant à ce qu'ils ne soient pas susceptibles, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, de présenter*

un danger pour la santé humaine ou d'entraîner une altération de la composition de l'eau définie par référence à des valeurs fixées par cet arrêté. [...] ».

En outre, des dispositions spécifiques à respecter pour les différents groupes⁵ de matériaux et objets entrant en contact avec de l'EDCH sont définies dans :

- l'arrêté du 29 mai 1997 modifié relatif aux matériaux et objets utilisés dans des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine,
- les circulaires n° 99/217 du 12 avril 1999 et n° 2000/232 du 27 avril 2000, n° 2002/571 du 25 novembre 2002 et DGS/SD7A/2006/370 du 21 août 2006,
- le guide de la Direction générale de la santé (DGS) de mars 1999.

2.2.1.2 Utilisation de matériaux et objets entrant en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine

L'article R. 1321-49-I du CSP précise que : *« la personne responsable de la production, de la distribution ou du conditionnement d'eau utilise, dans des installations nouvelles ou parties d'installations faisant l'objet d'une rénovation, depuis le point de prélèvement dans la ressource jusqu'aux points de conformité définis à l'article R. 1321-5, des matériaux et objets entrant en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine conformes aux dispositions de l'article R. 1321-48 ».*

Par ailleurs :

1°) concernant les eaux minérales naturelles :

- l'article R. 1322-31 du CSP précise que : *« Les dispositions du I de l'article R. 1321-49 sont applicables à l'exploitant d'une eau minérale naturelle. En outre, l'exploitant doit utiliser des matériaux en contact avec l'eau minérale naturelle compatibles avec sa composition de manière à empêcher toute altération chimique, physico-chimique, microbiologique et organoleptique de la qualité de l'eau telle qu'elle se présente à l'émergence. » ;*
- l'article R. 1322-36 du CSP précise que : *« Les matériaux utilisés pour le conditionnement de l'eau minérale naturelle, au sens du règlement (CE) n° 1935/2004 du Parlement européen et du Conseil du 27 octobre 2004 concernant les matériaux et objets destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires, sont traités ou fabriqués et utilisés de manière à éviter que les caractéristiques chimiques, microbiologiques et organoleptiques de l'eau ne s'en trouvent altérées. » .*

2°) concernant les eaux de source et les eaux conditionnées rendues potables par traitement :

L'article R. 1321-95 du CSP précise que : *« Les matériaux utilisés pour le conditionnement doivent satisfaire les conditions fixées par l'article R. 1322-36. ».*

2.2.1.3 Dispositions spécifiques relatives aux adhésifs destinés à entrer en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine

L'annexe E de la circulaire n° 2000/232 du 27 avril 2000 modifiant la circulaire n° 99/217 du 12 avril 1999 précise que :

- *« le comité d'experts «Matériaux/Eau» a initié en mai 1999 des travaux d'évaluation des niveaux de migration dans l'eau de solvants contenus dans certaines colles. Un protocole d'essai est en cours d'étude.*

⁵ À ce jour, on distingue les groupes de matériaux et objets suivants :

- les métaux, alliages et revêtements métalliques,
- les matériaux à base de liants hydrauliques (bétons, mortiers), émaux, céramiques et verres,
- les matériaux et objets organiques (plastiques, bitumes, caoutchoucs et élastomères), notamment ceux renforcés par des fibres,
- les accessoires et sous-ensembles d'accessoires, constitués d'au moins un composant organique.

- *Il est précisé qu'aucune colle, aucun adhésif, aucune graisse, ni aucun lubrifiant ne pourra faire l'objet d'ACS avant que ce protocole n'ait été validé par le comité d'experts puis publié au B.O.-M.E.S.*
- *Cependant, il est fortement recommandé dès à présent aux fabricants de ces quatre types de produits, de vérifier leur conformité aux listes positives de référence, lorsque :*
 - *Ces produits sont placés directement en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine,*
 - *Ou lorsqu'ils sont susceptibles de migrer dans l'eau, du fait de leur mise en œuvre. ».*

La note 3 de la circulaire n° 2002/571 du 25 novembre 2002 précise qu' : « *En cas de présence de colles anaérobies et époxydiques, adhésifs, graisses ou lubrifiants dans l'accessoire :*

- *si la formulation des graisses et lubrifiants utilisés dans un accessoire est conforme aux listes positives, alors il ne sera pas recherché de solvants constitutifs des graisses ou lubrifiants utilisés dans les eaux de migration, dans le cadre de la procédure de délivrance de l'ACS pour l'accessoire considéré,*
- *si une substance utilisée dans la formulation de la graisse ou du lubrifiant ne figure pas dans les listes positives de référence, alors la mesure de cette substance sera effectuée par GC-MS dans l'eau de migration,*
- *pour les colles anaérobies et époxydiques utilisées dans un accessoire, seule la connaissance par le laboratoire de la formulation est demandée. Aucun essai de migration n'est prévu. ».*

Une liste des adhésifs disposant d'un CLP est disponible :

- pour ceux obtenus avant le 31 juillet 2013, sur le site Internet du ministère de la santé (www.sante.gouv.fr), sous la rubrique relative aux « matériaux entrant au contact de l'eau » (en suivant le chemin suivant : accès direct par thème / "e" / eau / eau du robinet / matériaux entrant au contact de l'eau / attestation de conformité sanitaire (ACS))⁶ ;
- pour ceux obtenus depuis le 31 juillet 2013, sur le site internet des deux laboratoires habilités :
 - EUROFINES Expertises Environnementales (www.eurofins.fr/activites-environnementales/pages-hln/attestations-de-conformite-sanitaire-acs.aspx),
 - CARSO - Laboratoire Santé Environnement Hygiène de Lyon - Laboratoire Matériaux au Contact De l'Eau (MCDE) (www.groupecarso.com/eau-environnement/analyses-des-materiaux-et-objet-au-contact-de-leau/).

2.2.2 À l'étranger

Dans l'attente de l'harmonisation de la procédure européenne d'autorisation des MCDE, les adhésifs rencontrés sur le marché français pour utilisation dans les réseaux d'adduction d'EDCH font référence à des agréments et/ou certificats qui, le plus souvent, proviennent de pays européens disposant d'un système d'autorisation des matériaux entrant en contact avec l'EDCH et notamment des matériaux organiques (Allemagne, Pays-Bas et Royaume-Uni) et des États-Unis.

En Allemagne, les adhésifs doivent être conformes aux LD KTW⁷ de l'Office fédéral de l'environnement (UBA⁸). La vérification de la conformité du produit est effectuée par un organisme de contrôle agréé, par exemple le centre technologique sur l'eau (TZW⁹) qui est reconnu par un organisme de certification, l'Association allemande pour le gaz et l'eau (DVGW¹⁰) et un certificat

⁶ http://www.sante.gouv.fr/IMG/pdf/liste_ACS_31-07-2013.pdf.

⁷ Kunststoffe und Trinkwasser.

⁸ Umwelt Bundes Amt für mensch und umwelt.

⁹ Technologiezentrum Wasser.

¹⁰ Deutsche Vereinigung des Gas- und Wasserfaches.

est délivré. Les LD relatives aux matériaux organiques¹¹ sont utilisées ainsi que celles relatives aux revêtements organiques¹² pour les adhésifs polyuréthanes et époxydiques (il est à noter que deux projets de révision de ces LD ont été notifiés en 2013 à la Commission européenne conformément à la directive 98/34/CE¹³). Un examen de la conformité de la formulation aux listes positives de référence allemandes et des essais de migration dont les protocoles sont basés sur la norme DIN EN 12873-2 sont réalisés (UBA, 2013a et b) (*cf.* annexe 4 pour plus de détails sur les essais de migration et sur les critères d'acceptabilité).

Au Royaume-Uni (Angleterre, Pays de Galles, Écosse et Irlande du Nord), les matériaux et objets utilisés dans les réseaux publics et privés de distribution d'eau doivent être évalués par le « Drinking Water Inspectorate (DWI) » et ceux utilisés uniquement dans les réseaux intérieurs par le « Water Regulations Advisory Scheme (WRAS) ». Bien qu'il n'y ait pas de listes positives de référence, des exigences sur la formulation existent : interdiction du plomb et des substances bitumineuses provenant de goudrons, utilisation de colorants alimentaires si possible, *etc.* La réalisation d'essais de migration selon les normes BS EN 12873-2 et BS 6920 (DWI, 2012 et 2014) est en outre obligatoire (*cf.* annexe 4 pour plus de détails sur les essais de migration et sur les critères d'acceptabilité). Une liste des matériaux et objets autorisés dans les réseaux de distribution publics et privés est disponible sur le site Internet du DWI (www.dwi.gov.uk/drinking-water-products/approved-products/solistcurrent.pdf, *cf.* section C.6 « Sealant & Repair materials »). La liste de ceux autorisés uniquement dans les réseaux intérieurs est quant à elle disponible sur le site Internet du WRAS (www.wras.co.uk/Directory/materials_Search.asp?, *cf.* les rubriques « Solvent Cements » et « Sealants »).

Aux Pays-Bas, seuls les adhésifs disposant d'un certificat « KIWA-ATA¹⁴ » sont autorisés et reconnus conformes à la réglementation en vigueur par le « Dutch Ministry of Spatial Planning, Housing and the Environment (VROM) ». Ils sont autorisés à la fois pour leur propriété mécanique et leur innocuité sanitaire. Aucun essai de migration préalable¹⁵ n'est requis pour vérifier l'innocuité sanitaire, seul un examen de la conformité de la formulation aux listes positives de référence hollandaises est réalisé¹⁶. Une liste des adhésifs autorisés par le KIWA est disponible sur leur site Internet (<http://kiwa.nl/ATA>), en suivant le chemin suivant : « Download hier het overzicht van producten die een Kiwa-Ata hebben » / « Download overzicht producten » et en consultant la rubrique « Productgroep: Lijmen ».

En outre, les produits autorisés en Allemagne et au Pays-Bas font l'objet d'un contrôle régulier de la production en usine (audits) par les organismes en charge de délivrer les autorisations.

Aux États-Unis et au Canada, les adhésifs sont évalués au regard du « NSF/ANSI Standard 61 – 2013 ». Les États-Unis n'ont pas établi de listes positives de référence mais des exigences sur la formulation existent : par exemple, le plomb ne peut pas être utilisé comme substance intentionnelle. La réalisation d'essais de migration est en outre obligatoire (*cf.* annexe 4 pour plus de détails sur les essais de migration et sur les critères d'acceptabilité).

¹¹ http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/377/dokumente/ktw_leitlinie_eng.pdf

¹² <http://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/377/dokumente/beschichtungsleitlinie.pdf>

¹³ Directive 98/34/CE du Parlement européen et du Conseil du 22 juin 1998 prévoyant une procédure d'information dans le domaine des normes et réglementations techniques et des règles relatives aux services de la société de l'information.

¹⁴ Kiwa Attestation of Toxicological Aspects.

¹⁵ Facteur de conversion (FC) < 0,01 jour/dm.

¹⁶ Un pourcentage de non-conformité de la formulation de 0,1 % est toléré.

2.2.3 Adhésifs utilisés dans les emballages alimentaires

Les CLP obligatoires pour les adhésifs utilisés dans les installations fixes de production et distribution d'EDCH ne doivent pas être confondus avec les « certificats d'alimentarité » obligatoires pour les adhésifs utilisés dans les emballages alimentaires¹⁷.

La réglementation relative aux matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires (MCDA) ne prévoit pas de disposition spécifique pour les adhésifs. Toutefois, le principe d'inertie défini dans l'article 3 du règlement (CE) n° 1935/2004 s'applique :

« Les matériaux et objets, y compris les matériaux et objets actifs et intelligents, sont fabriqués conformément aux bonnes pratiques de fabrication afin que, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, ils ne cèdent pas aux denrées alimentaires des constituants en une quantité susceptible :

- a) *de présenter un danger pour la santé humaine,*
- ou*
- b) *d'entraîner une modification inacceptable de la composition des denrées,*
- ou*
- c) *d'entraîner une altération des caractères organoleptiques de celles-ci. »*

ainsi que l'exigence de l'article 16 du règlement (CE), de fourniture d'une déclaration stipulant que les produits sont en conformité avec les règles qui les régissent et que la documentation appropriée soit accessible afin de démontrer la dite conformité.

De ce fait, le « certificat d'alimentarité » précise habituellement que le produit ne contient que des substances autorisées dans le Titre 21 du « Code of Federal Regulations » (CFR) des États-Unis, partie 175-105 relative aux adhésifs en contact indirect avec les denrées alimentaires¹⁸.

2.3 Documents Techniques

Il convient de souligner que, si les présentes LD ne portent que sur la sécurité sanitaire des adhésifs, la qualité technique des produits et le respect des règles de l'art du collage et/ou de l'assemblage de canalisations et de raccords sont tout aussi importants. Des règles générales de mise en œuvre de ces produits dans le bâtiment, sont définies dans les documents techniques unifiés (DTU)¹⁹.

Ainsi les DTU de la série 60 relatifs à la « plomberie sanitaire » et plus particulièrement le DTU 60.31 doivent être respectés.

Les adhésifs à base de solvants utilisés pour le collage des tubes et des raccords en polychlorure de vinyle (PVC) bénéficient pour certains de la marque « certifié cstb certified », ceux en PVC chloré (PVC-C) sont intégrés, pour certains, dans un avis technique pour un système de canalisations (ATEC)²⁰ quand leurs productions sont certifiées CSTBat. L'obtention d'une CLP délivrée par l'un des laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé est un critère

¹⁷ Des informations complémentaires relatives aux matériaux destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires sont disponibles sur le site Internet du Laboratoire national de métrologie et d'essais (www.contactalimentaire.com).

¹⁸ www.fda.gov/cdrh/aboutcfr.html

¹⁹ Les DTU sont des documents applicables aux marchés de travaux de bâtiment en France. Ils sont établis par la « Commission générale de normalisation du bâtiment/DTU ». Ils concernent les produits relevant des « techniques traditionnelles » (c'est-à-dire suffisamment connus pour faire l'objet d'une expérience importante). Ils fournissent une base de référence standardisée des risques de sinistre dans la construction, généralement prise en compte par les assureurs. La connaissance et le respect de ces textes contribuent à une appropriation collective de dispositions et méthodes aptes à engendrer un niveau de qualité et un comportement des ouvrages estimés corrects dans le temps. La « Commission générale de normalisation du bâtiment/DTU » s'intègre aujourd'hui dans le système français de normalisation et les DTU constituent donc des normes qui peuvent être rendues d'application obligatoire par la réglementation.

²⁰ Les ATEC sont délivrés par un groupe spécialisé composé d'experts de la profession et instruits par le CSTB et constituent un avis sur l'aptitude à l'emploi d'un produit (ou d'un système) non traditionnel, destiné à la construction.

obligatoire pour l'octroi de la marque « certifié cstb certified » ou d'un ATEC sur un système de canalisation intégrant un adhésif destiné à la réalisation de réseaux d'adduction et de distribution d'EDCH. Le pictogramme « Convient pour l'eau potable » peut alors être apposé sur l'emballage de l'adhésif. Les ATEC et la marque « certifié cstb certified » de ces adhésifs recommandent alors un temps de séchage de 24 heures et un rinçage de 30 minutes sous pression.

Il est rappelé que l'obtention d'un avis technique relève d'une démarche volontaire de l'industriel.

Actuellement, aucun adhésif obtenu par polymérisation ne dispose d'un avis technique.

3 Bilan des essais de migration

L'étude a été réalisée selon le protocole proposé dans les LD de 2010 (Anses, 2010a). Elle a porté sur 4 adhésifs représentatifs des produits utilisés dans les réseaux d'EDCH (2 à base de solvants et 2 obtenus après polymérisation).

Elle a permis de mettre en évidence des difficultés de mise en œuvre des essais et d'interprétation des résultats.

L'annexe 3 reprend l'intégralité du rapport de cette étude.

3.1 Difficultés de mise en œuvre des essais

3.1.1 Cas des adhésifs à base de solvants

⇒ Les LD et la norme NF EN 12873-2 ne prévoient pas de système d'obturation.

Le laboratoire a utilisé un bouchon en PVC (normalisé ayant un diamètre intérieur nominal de 32 et disposant d'une ACS, il s'agit de la même matière que celle qui constitue les manchons), collé de la même façon que les manchons.

Cette configuration implique un bourrelet de colle supplémentaire à prendre en compte lors de l'interprétation des résultats. Le rapport surface / volume testé est donc plus important que celui indiqué dans les LD :

- S/V théorique (LD) = 46 cm²/L pour 20 bourrelets répartis sur 1 m,
- S/V testé = 46 x (21/20) = 48,3 cm²/L.

3.1.2 Cas des adhésifs obtenus par polymérisation

⇒ Les LD préconisent l'utilisation de tubes en acier galvanisé et de manchons en fonte malléable galvanisée dont la composition respecte l'arrêté du 29 mai 1997.

Les industriels contactés pour la fabrication de ces pièces ne proposent qu'une galvanisation à chaud. Cette technique ne permettant pas de respecter les préconisations de l'arrêté, des tubes et manchons en acier inoxydable 316L (conforme à l'arrêté du 29 mai 1997), ont été utilisés :

- tronçons de tubes filetés normalisés ayant un diamètre extérieur nominal de 26,9 cm et une longueur de 10 cm,
- manchons filetés normalisés et ayant un diamètre intérieur de ¾ de pouce.

⇒ La longueur standard des tronçons de tube est de 10 cm, une longueur inférieure relève de fabrication « à façon ».

L'assemblage de 11 tubes et 10 manchons tel que mentionné dans les LD conduit à un montage d'une longueur supérieure à 1 m. Comme mentionné au point 7.2.2.1 de la norme NF EN 12873-2, le nombre d'assemblages a été adapté afin d'obtenir la longueur totale souhaitée.

⇒ Les LD et la norme NF EN 12873-2 ne prévoient pas de système d'obturation.

Afin d'obturer un côté du montage, le laboratoire a utilisé un bouchon fileté en acier inoxydable 316L (ayant un diamètre intérieur de ¾ de pouce et conforme à l'arrêté du 29 mai 1997), collé de la même façon que les manchons.

Afin de respecter la longueur du dispositif de 1 m, le montage est constitué de 9 tronçons, 8 manchons et un bouchon (soit 17 bourrelets de colle au contact de l'eau).

Cette configuration implique un nombre de bourrelets inférieur au nombre théorique (3 de moins) à prendre en compte lors de l'interprétation des résultats. Le rapport surface / volume testé est moins important que celui indiqué dans les LD :

- S/V théorique (LD) = 56 cm²/L pour 20 bourrelets répartis sur 1 m,
- S/V testé = 56 x (17/20) = 47,6 cm²/L.

3.1.3 Cas des montages témoins

Les montages témoins tels que décrits dans la norme ont du être adaptés pour le cas particulier des adhésifs.

Le contact avec l'eau d'essai a été réalisé par immersion des pièces constitutives des montages dans un volume d'eau ajusté afin de respecter les ratios S/V des montages pour essai, pour chacun des types de colle.

3.2 Difficultés d'interprétation des résultats

Les critères d'acceptabilité se rapportent à des concentrations dans l'eau de migration sur la base du montage décrit dans le protocole : toute adaptation technique du montage modifiant le rapport S/V nécessite de recalculer les critères d'acceptabilité.

Ainsi, il serait plus adapté d'exprimer les critères d'acceptabilité en concentration maximale au robinet du consommateur (CMT_{robinet}). Le résultat sera comparé au critère d'acceptabilité après application du facteur de conversion (FC) à la valeur mesurée dans les eaux de migration.

4 Évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs

Les molécules susceptibles d'être relarguées par les adhésifs peuvent entraîner une dégradation de la qualité de l'eau (organoleptique, physico-chimique), voire induire des risques microbiologiques et/ou toxicologiques. Il est donc nécessaire d'évaluer leur innocuité sanitaire.

L'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs doit s'appuyer sur :

- l'examen de leur formulation,
- la réalisation d'essais de migration.

Puis, les résultats de ces évaluations doivent être comparés aux critères d'acceptabilité.

4.1 Condition d'examen de la formulation des adhésifs

Les substances entrant dans la formulation des adhésifs doivent être déclarées en totalité et comparées aux substances inscrites sur les listes positives (*cf.* annexe 6).

Sur le principe il est souhaitable que la totalité des substances entrant dans la formulation des adhésifs soit inscrite sur les listes positives. Toutefois, l'utilisation de substances n'y figurant pas ou de mélanges commerciaux, dont le détail de la formulation ne serait pas exigé en raison du faible pourcentage dans la formulation, peut être tolérée, sous réserve de l'absence de risque de migration dans l'eau au-delà d'une concentration maximale tolérable au robinet du consommateur (CMT_{robinet}).

Ainsi, il convient de définir une CMT_{robinet} et une méthode de prédiction de la migration permettant de définir la quantité maximale de la substance (ou du mélange) dans le matériau correspondant à cette CMT_{robinet} .

Dans les LD de 2010 (Anses, 2010a), le pourcentage massique de non-conformité de la formulation aux listes positives pouvant être toléré a été fixé à 0,5 % à partir de l'équation figurant dans le guide pratique de la DGS de 1999 (DGS, 1999 ; *cf.* Figure 1).

$$p (\%) = \frac{C_2 \cdot 10^{-2}}{S/V \cdot e \cdot d}$$

Avec :

p (%) : pourcentage massique de la substance dans l'adhésif

C_2 (µg/L) : migration maximale possible de substance avec une migration graduelle dans l'eau en 100 jours

e (m) : zone d'interaction eau-matériau

S/V (en m^{-1}) : rapport surface d'adhésif exposé rapporté au volume d'eau

d (kg/m³) : masse volumique d'adhésif

Figure 1 : Formule de calcul de l'approche française (DGS, 1999)

Cette équation a été utilisée pour calculer le pourcentage massique maximum d'une substance (p) dans un adhésif pour que sa migration (C_2) soit inférieure à 0,5 µg/L (migration graduelle pendant 100 jours).

Ainsi, pour ce calcul :

- Une CMT_{robinet} de 0,5 µg/L a été retenue. Celle-ci a été définie à partir du seuil de préoccupation toxicologique (TTC²¹) de 1,5 µg par personne et par jour, ce dernier ayant été établi en considérant que :
 - o 10% des substances non identifiées étaient cancérogènes,
 - o le tiers des apports quotidiens provenait des aliments solides (0,5 µg par personne et par jour), le reste provenant des boissons (1 µg par personne et par jour) pour une consommation quotidienne de 2 litres d'eau.
- Le rapport surface de matériau exposé rapporté au volume d'eau (S/V) a été estimé à 0,14 dm⁻¹ pour les adhésifs à base de solvants et 0,17 dm⁻¹ pour les adhésifs obtenus par polymérisation pour un temps de résidence de 0,5 jour (FC = 0,05).
- L'épaisseur de la zone d'interaction eau-matériau a été fixée à 10 % de l'épaisseur d'adhésif appliquée soit 0,06 mm (adhésif à base de solvants) et 0,03 mm (adhésif obtenu par polymérisation).

En 2013, dans son avis relatif aux matériaux organiques (Anses, 2013), l'Agence a utilisé la même méthode pour déterminer le pourcentage massique de non-conformité de la formulation aux listes positives en considérant :

- une CMT_{robinet} de 0,1 µg/L définie à partir d'un seuil de préoccupation toxicologique TTC fixé pour les substances génotoxiques à 0,15 µg par personne et par jour ;
- les rapports S/V définis par les « 4 MS » (4MS, 2011) ;
- une épaisseur de zone d'interaction eau-matériau égale à 0,1 mm, ou dans le cas où l'épaisseur serait inférieure à 0,1 mm, la totalité de l'épaisseur.

Le document des « 4MS » ne précise pas de valeur pour le rapport S/V à utiliser pour les adhésifs. Ainsi, plutôt que l'approche par calcul, qui nécessite de faire un grand nombre d'hypothèses difficilement vérifiables (surface (S) de colle au contact de l'eau, zone d'interaction (e), vitesse de migration), il est proposé de tolérer un pourcentage de non-conformité de la formulation de 0,1 %, valeur retenue par la Commission européenne (article 11 du Règlement CLP (CE) n° 1272/2008 du 16 décembre 2008). En effet, ce dernier fixe à 0,1 % la valeur la plus basse nécessitant la prise en compte d'une substance, qu'elle se présente sous forme d'impureté, d'additif ou d'élément individuel identifié, aux fins de classification d'une substance ou d'un mélange²².

En outre, le respect des quantités maximales résiduelles (QM)²³ mentionnées dans les listes positives de référence doit être vérifié lors de l'examen de la formulation ou analytiquement.

En résumé :

- i) une ou plusieurs substances non inscrites sur les listes positives de référence qui entrent dans la formulation représentant une teneur totale inférieure ou égale à 0,1 % en masse peuvent être tolérées²⁴.
- ii) les quantités maximales résiduelles (QM) mentionnées dans les listes positives de référence doivent être respectées.

²¹ Threshold of toxicological concern.

²² Toutefois certaines substances peuvent avoir des seuils beaucoup plus bas.

²³ Pour les substances instables dans l'eau ou pour lesquelles il n'existe pas de méthode d'analyse appropriée, le contrôle de la conformité s'effectue en vérifiant la teneur résiduelle exprimée en mg/kg dans le produit final.

²⁴ La somme des teneurs en masse des substances non inscrites sur les listes positives ne doit pas dépasser 0,1 % de la masse totale des substances introduites dans la fabrication de l'adhésif.

4.2 Essais de migration

Le GT « MCDE » propose de réaliser les essais de migration suivant la norme NF EN 12873-2 et :

- d'appliquer un FC aux valeurs mesurées dans les eaux de migration avant comparaison avec les CMT_{robinet} pour les substances organiques ou inorganiques²⁵,
- de diluer les eaux de migration de la valeur du FC de manière à revenir à un rapport S/V réaliste pour les paramètres organoleptiques (odeur, flaveur, couleur et turbidité). Les résultats peuvent ensuite être comparés aux critères d'acceptabilité.

L'utilisation des normes NF EN 1420-1 et NF EN 13052-1 pour les paramètres organoleptiques nécessiterait la réalisation d'un montage avec un rapport S/V de 0,2 dm⁻¹. Ces dernières ne comportant aucune spécification pour la réalisation de tels montages, elles n'ont pas été retenues.

4.2.1 Préparation des montages

Afin d'obtenir un volume d'eau suffisant pour les analyses, trois montages identiques doivent être réalisés²⁶. Un essai à blanc doit être réalisé en parallèle à l'aide des matériaux constitutifs du montage à l'exception de l'adhésif.

Pour l'essai à blanc, les tubes témoins ne pouvant être obturés à l'aide de bouchons encollés, les essais peuvent être réalisés en immergeant les matériaux dans chaque type d'eau selon un rapport S/V identique à celui des montages testés.

Les montages doivent être réalisés en respectant, autant que possible au regard des matériaux disponibles, les rapports S/V préconisés dans la norme²⁷. La norme NF EN 12873-2 précise que onze tronçons de tubes avec dix manchons doubles sont collés en utilisant l'adhésif conformément aux instructions des fabricants de tubes, de raccords et d'adhésifs, de manière à obtenir un échantillon pour essai d'une longueur totale de un mètre. Lorsque cela n'est pas réalisable, utiliser autant d'assemblages que possible sur 1 m. Le rapport S/V doit être estimé en considérant que chaque collage correspond à la création d'un « *bourrelet* » d'adhésif proche de 0,5 mm d'épaisseur émergeant dans la lumière de la canalisation (*cf.* annexe 7).

Pour les adhésifs à base de solvants :

- les tubes, les manchons et le système d'obturation doivent être en PVC ou en PVC-C et être titulaires d'une ACS,
- les tubes doivent être normalisés et avoir un diamètre extérieur de 32 mm (DN32), une pression nominale de 16 (PN16) et être chanfreinés²⁸,
- les manchons doivent être normalisés et avoir un diamètre intérieur de 32 mm (DN32) et comporter une butée intérieure.

Pour les adhésifs obtenus par polymérisation :

- les tubes, les manchons et le système d'obturation doivent être conformes à l'annexe 1 de l'arrêté du 29 mai 1997 modifié,
- les tubes normalisés en acier inoxydable 316L doivent avoir un diamètre intérieur de 19 mm (DN20) et être filetés,

²⁵ Le rapport surface/volume et les temps de stagnation utilisés pour les essais de migration selon les normes NF EN 12873-1, -2 ne sont pas représentatifs de la réalité d'un réseau de distribution d'eau. Des FC sont utilisés pour déterminer l'impact réel des matériaux sur la qualité de l'EDCH au regard des concentrations trouvées dans les essais migrations (4MS, 2011).

²⁶ Le nombre de duplicatas peut être augmenté en fonction des besoins en quantité d'eau des laboratoires pour réaliser les analyses sur les eaux de migration.

²⁷ Ne pas oublier de prendre en compte le collage du système d'obturation.

²⁸ Des tubes chanfreinés et des manchons à butée doivent être utilisés afin de faciliter le montage et réduire la surface d'adhésif en contact avec l'eau.

- les manchons normalisés en acier inoxydable 316L doivent avoir un filetage à chaque extrémité.

Les temps de séchage (ou de polymérisation) et/ou de rinçage, après assemblage, sont ceux préconisés par le fabricant. À défaut, un temps de séchage de 24 heures et un rinçage de 30 minutes seront mis en œuvre.

4.2.2 Réalisation des essais

Le rinçage est effectué avec de l'eau du robinet dont la teneur en chlore libre est inférieure à 0,2 mg/L Cl₂, par circulation de bas en haut et évacuation par surverse.

Pour les adhésifs destinés à être utilisés au contact des eaux froides, les essais sont réalisés à la température de 23 ± 2°C, d'une part avec de l'eau d'essai non chlorée et d'autre part avec de l'eau d'essai chlorée dont la teneur en chlore libre doit être égale à 1 ± 0,2 mg/L de Cl₂.

Pour les adhésifs destinés à être utilisés également au contact des eaux chaudes, il convient de réaliser des essais complémentaires avec une eau non chlorée dont la température est comprise entre 60 et 85°C suivant l'usage envisagé de l'adhésif.

Au terme de chacune des trois périodes de stagnation de 72 h²⁹ réalisées à la température T, les eaux de migration des 3 montages sont récupérées et mélangées pour être analysées (cf. annexe 8).

Pour la migration de substances organiques ou inorganiques, conformément à la norme NF EN 12873-2, la concentration des substances mesurées pour chaque période de stagnation est calculée de la façon suivante :

$$c_n^T = a_n^T - b_n^T \text{ [mg/L]}$$

où

- c_n^T est la concentration de la substance exprimée en mg/L,
- a_n^T est la concentration de la substance mesurée en mg/L dans le mélange des eaux de migration des 3 montages,
- b_n^T est la concentration de la substance mesurée en mg/L dans les eaux de migration de l'essai à blanc.

pour les conditions suivantes :

- T est la température d'essai [(23 ± 2)°C ou autre température fixée dans la norme NF EN 12873-2],
- n est le numéro d'ordre de la période de migration (1,2 ou 3).

Pour chaque eau de migration, le taux de migration M_n^T pour une substance migrante peut ensuite être calculé :

$$M_n^T = c_n^T / (S/V \cdot t) \text{ [mg/dm}^2\text{/jour]}$$

où

- M_n^T est le taux de migration pour la période de migration n,
- t est la durée de la période de migration en jours (3 jours en eau froide, 1 jour en eau chaude),
- S/V est le rapport Surface/Volume en dm⁻¹ utilisé pour l'essai.

La surface S doit être calculée en assimilant chaque collage à un demi-cylindre de 0,5 mm de rayon et de longueur correspondant au périmètre du tube collé comme pour l'estimation du FC (cf. Annexe 7). Ainsi, l'hypothèse qui est faite sur la forme de chaque collage (1/2 cylindre de 0,5 mm de rayon) n'a pas d'impact sur le résultat final.

²⁹ Dans le cas des essais en eau chaude (température comprise entre 60 et 85°C), les trois périodes de migration sont de 24 h.

Un FC sera ensuite appliqué au taux de migration (M_n^T) pour calculer une concentration au robinet du consommateur ($C_{\text{robinet}, n}$) :

$$C_{\text{robinet}, n} [\mu\text{g/L}] = M_n^T [\mu\text{g}/\text{dm}^2/\text{jour}] \times \text{FC} [\text{jour}/\text{dm}]$$

Un FC de 0,04 a été retenu afin d'être plus représentatif de la réalité que ceux proposés dans les LD de 2010 (cf. détail du calcul en annexe 7).

Pour les paramètres organoleptiques, l'eau de migration doit être diluée d'un facteur équivalent à la valeur du FC avant d'être analysée. Les valeurs ainsi mesurées seront directement comparées aux critères d'acceptabilité.

4.2.3 Paramètres à analyser

Les paramètres préconisés pour les matériaux organiques (Anses, 2013b) doivent être analysés sur chacune des trois eaux de migration (t_1 , t_2 et t_3) :

- l'odeur et la flaveur selon la norme NF EN 1622,
- la couleur selon la norme NF EN ISO 7887 si l'adhésif contient un colorant,
- la turbidité selon la norme NF EN ISO 7027,
- le carbone organique total (COT) selon la norme NF EN 1484,
- les trihalométhanes (chloroforme, bromoforme, dibromochlorométhane et dichlorobromométhane) pour les essais en eau chlorée uniquement selon les normes NF EN ISO 10301 ou NF EN ISO 15 680,
- le profil CG-SM³⁰ selon le projet de norme pr NF EN 15768,
- la recherche spécifique des éléments métalliques disposant d'une limite ou d'une référence de qualité fixée dans l'arrêté du 11 janvier 2007 modifié, s'ils sont présents dans la formulation de l'adhésif, selon la norme NF EN ISO 17294-2 et le mercure selon les normes NF EN 1483 ou NF EN ISO 17852 ou NF EN 12338,
- les substances présentes à une teneur supérieure à 0,1 % en masse dans la formulation pour lesquelles une CMT_{robinet} ³¹ ou une LMS_{aliment} est spécifiée dans les LP³².

4.2.4 Critères d'acceptabilité

Les résultats d'analyses de l'eau de migration de la 3^{ème} période de stagnation doivent respecter les critères d'acceptabilité définis ci-après³³ (Anses, 2013b).

Les critères d'acceptabilité pour les paramètres organoleptiques, sur la troisième eau de migration quelle que soit la température, sont :

- Seuils d'odeur (TON) et de flaveur (TFN) ≤ 4 ,
- Couleur ≤ 10 mg/L Pt/Co,
- Turbidité $\leq 0,5$ NFU.

³⁰ CG-SM : Couplage d'une chromatographie en phase gazeuse avec une spectrométrie de masse.

³¹ Les CMT_{robinet} de la « Combined List » correspondent aux limites de migration spécifiques mentionnées dans les listes positives de référence, établies pour les matériaux destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires (LMS_{aliment}) et adaptées aux matériaux destinés à entrer en contact avec l'EDCH (LMS_{eau}). $CMT_{\text{robinet}} = LMS_{\text{eau}} = LMS_{\text{aliment}}/20$.

³² La vérification par calcul du respect des CMT_{robinet} et LMS_{aliment} n'a pas été retenue au regard des incertitudes inhérentes au choix des valeurs des paramètres à utiliser pour le calcul (cf. figure 1) et les conditions de son application (situation représentative de la réalité ou conditions d'essais).

³³ Compte tenu des étapes de rinçage préalables à la migration préconisées dans les normes européennes, le GT considère que la conformité aux critères d'acceptabilité doit être évaluée à l'issue de la troisième période de migration, sans possibilité de prolonger l'essai. L'analyse des eaux des trois premières périodes de stagnation, conformément aux préconisations des normes européennes, permet au laboratoire de vérifier le bon déroulement de l'essai et la cohérence des résultats. L'obligation de décroissance des résultats d'analyse de l'eau de migration entre chacune des trois périodes de migration n'a pas été retenue comme critère d'acceptabilité.

S'agissant des substances organiques ou inorganiques, la concentration calculée au robinet du consommateur à partir de l'analyse sur la troisième eau de migration ($C_{\text{robinet},3}$) doit être inférieure ou égale à la concentration maximale tolérable au robinet du consommateur ($\text{CMT}_{\text{robinet}}$) quelle que soit la température ($C_{\text{robinet},3} \leq \text{CMT}_{\text{robinet}}$). Les $\text{CMT}_{\text{robinet}}$ fixées pour les matériaux organiques s'appliquent (Anses, 2013b) :

- pour les éléments minéraux et le mercure :
 - o antimoine : 0,5 µg/L (Sb),
 - o arsenic : 1 µg/L (As),
 - o baryum : 0,07 mg/L (Ba),
 - o bore : 0,1 mg/L (B),
 - o cadmium : 0,5 µg/L (Cd),
 - o chrome : 5 µg/L (Cr)³⁴,
 - o cuivre : 0,2 mg/L (Cu),
 - o mercure : 0,1 µg/L (Hg),
 - o nickel : 2 µg/L (Ni),
 - o plomb : 1 µg/L (Pb),
 - o sélénium : 1 µg/L (Se) ;
- pour les trihalométhanes (chloroforme, bromoforme, dibromochlorométhane et bromodichlorométhane) : 10 µg/L pour la somme des 4 molécules ;
- pour le COT : 0,5 mg/L ;
- pour le profil CG-SM : 1 µg/L par substance, quantité exprimée par rapport à la réponse de l'étalon interne le plus proche ;
- pour les substances présentes à plus de 0,1 % en masse dans la formulation : concentrations inférieures à la $\text{CMT}_{\text{robinet}}$ ou la $\text{LMS}_{\text{aliment}}/20$ ³⁵. Concernant le cas particulier du bisphénol A (BPA), le GT propose qu'il soit analysé selon une méthode permettant d'atteindre une limite de détection (LD) de 10 ng/L et que le BPA ne soit pas détecté (ND)³⁶ dans les eaux de migration.

³⁴ La valeur pourra être abaissée en cas de révision de la limite de qualité dans l'EDCH, notamment en raison des effets potentiellement induits par le chrome VI (Anses, 2012).

³⁵ En cas de difficulté analytique, le pétitionnaire devra fournir une méthode d'analyse ayant une sensibilité suffisante pour vérifier les restrictions d'usage de la substance.

³⁶ L'emploi du BPA est autorisé, sauf pour la fabrication de biberons pour nourrissons en polycarbonate, dans les matériaux en contact avec les aliments au sein de l'Union européenne conformément au règlement n° 10/2011 modifié relatif aux matériaux et articles en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires avec une LMS de 0,6 mg/kg. Comme pour l'acrylamide, le chlorure de vinyle et l'épichlorhydrine, il est proposé que la concentration en BPA soit inférieure à la LD.

Tableau 1 : Synthèse des paramètres et critères d'acceptabilité retenus pour l'évaluation des adhésifs utilisés au contact des eaux destinées à la consommation humaine

| | Paramètres | Normes de mise en eau | Normes d'analyse | Critères d'acceptabilité (eau issue de la troisième période de migration) | Unités |
|--|--|--|--------------------|---|---------------|
| Série 1 | Odeur et flaveur | NF EN 12873-2 | NF EN 1622 | ≤ 4 | Seuil |
| | Couleur | | NF EN ISO 7887 | ≤ 10 | mg/L Pt/Co |
| | Turbidité | | NF EN ISO 7027 | ≤ 0,5 | NFU |
| Série 2 | COT | | NF EN 1484 | ≤ 0,5 | mg/L |
| | Substances présentes à plus de 0,1 % en masse dans la formulation et ayant une CMT _{robinet} ³⁷ ou LMS _{aliment} mentionnée dans les LP ³⁸ | | Analyse | ≤ CMT _{robinet} ou LMS _{aliment} /20 (BPA : ND) | µg/L |
| | Profil CG-SM | | pr NF EN 15768 | ≤ 1 ³⁹ | µg/L |
| | Éléments métalliques présents dans la formulation et disposant d'une limite (LQ) ou d'une référence de qualité (RQ) fixée dans l'arrêté du 11 janvier 2007 | NF EN ISO 17294-2 + NF EN 1483 ou NF EN ISO 17852 ou NF EN 12338 pour le mercure | ≤ 0,1 x LQ (ou RQ) | µg/L | |
| THM totaux pour les essais en eau chlorée uniquement | NF EN ISO 10301 ou NF EN ISO 15680 | ≤ 10 | µg/L | | |

4.2.5 Variantes

Un adhésif conditionné en vrac (tubes, pots, etc.) et en aérosol correspond à deux formulations différentes et nécessite deux demandes, sauf si la différence porte uniquement sur le gaz propulseur et que celui-ci est un gaz inerte (exemple l'azote).

Lorsqu'un adhésif est vendu sous des configurations différentes (par exemple polymères de poids moléculaires différents, etc.) relevant d'une même formulation, les essais de migration doivent être

³⁷ Les CMT_{robinet} de la « Combined List » correspondent aux limites de migration spécifiques mentionnées dans les listes positives de référence, établies pour les matériaux destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires (LMS_{aliment}) et adaptées aux matériaux destinés à entrer en contact avec l'EDCH (LMS_{eau}).

³⁸ En cas de difficulté analytique, le pétitionnaire devra fournir une méthode d'analyse ayant une sensibilité suffisante pour vérifier les restrictions d'usage de la substance.

³⁹ Critère d'acceptabilité de 1 µg/L par substance, quantité exprimée par rapport à la réponse de l'étalon interne le plus proche.

réalisés sur les configurations extrêmes et si les résultats des essais de migration obtenus sont différents compte-tenu de l'incertitude analytique, toutes les configurations devront être testées.

5 Conclusions

Le GT « MCDE », tenant compte des enseignements de l'étude relative aux essais de migration réalisés tel que demandé dans le rapport de la saisine n°2007-SA-0086 et des préconisations des avis de 2013 (Anses, 2013a et 2013b) sur les matériaux organiques recommande :

- 1- Concernant les conditions d'examen de la formulation :
 - a. que les substances entrant dans la formulation des adhésifs soient connues en totalité et comparées aux substances inscrites sur les listes positives (LP) de substances autorisées pour la fabrication des MCDE (*cf.* annexe 6),
 - b. de tolérer un pourcentage de non-conformité de la formulation de 0,1 % (substances ne figurant pas sur les LP ou mélange commercial dont le détail de la formulation ne serait pas exigé en raison du faible pourcentage dans la formulation) ;
- 2- Concernant les essais de migration :
 - a. que les essais de migration soient réalisés selon la norme NF EN 12873-2 et qu'un facteur de conversion (FC) de 0,04 soit utilisé pour comparer les résultats des essais de migration avec les critères d'acceptabilité proposés fixés pour la qualité de l'eau délivrée au robinet du consommateur,
 - b. d'analyser les paramètres dans les eaux issues des essais de migration (eaux des 3 premières périodes de migration) et de vérifier les critères d'acceptabilité sur l'eau de la 3^{ème} période de migration (tableau 1).

6 Bibliographie, règlements et normes

6.1 Publications

4MS (2011). Positive Lists for Organic Materials – 4MS Common Approach – Part A : Compilation and management of a suite of Positive Lists (PLs) for organics materials – Part B : Assessment of products for compliance with Positive List requirements (Conversion Factors – CFs). 22p.

Anses (2010a). Lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaires des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine (Saisine 2007-SA-0086). 36 p.

Anses (2010b). Lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaires des lubrifiants utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine (Saisine 2007-SA-0096). 35p.

Anses (2013a). Avis relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Modalités d'évaluation de la formulation (Saisine 2012-SA-0113). 19p.

Anses (2013b). Avis relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Paramètres à mesurer dans les eaux issues des essais de migration et critères d'acceptabilité (Saisine 2012-SA-0114). 30p.

DGS (1999). Guide pratique pour la constitution des dossiers relatifs à la conformité sanitaire des matériaux placés en contact avec les eaux d'alimentation.
(www.sante.gouv.fr/fichiers/bo/1999/99-25/a0251660.htm)

DWI (2012). The approval scheme for products used in contact with water intended for human consumption – Advice Sheet 1 - Overview of the application process and general requirements. 35p.

DWI (2014). The approval scheme for products used in contact with water intended for human consumption – Advice sheet 8 Products permitted to be used under regulation 31(4)(b); products with a small surface area in contact with water (including materials for use in well & borehole construction and installation). 17p.

Matériaux & techniques (1980). Colles et adhésifs industriels. Numéro 6/7 – Numéro spécial.

UBA (2008). Guideline for hygienic assessment of organic materials in contact with drinking water (KTW Guideline). 18p.

UBA (2013a). Guideline for hygienic assessment of organic materials in contact with drinking water (KTW Guideline). 39p.

UBA (2013b). Guideline on sanitary assessment of organic coatings in contact with drinking water (coating guideline). 56p.

6.2 Normes

BS 6920 (2000) : Suitability of non-metallic products for use in contact with water intended for human consumption with regard to their effect on the quality of the water.

Norme NF EN 1420-1. Décembre 1999. Influence des matériaux organiques sur l'eau destinée à la consommation humaine - Détermination de l'odeur et de la flaveur de l'eau dans les réseaux de conduites - Partie 1 : méthode d'essai. Paris. AFNOR, 1999.

Norme NF EN 1483. Juin 2007. Qualité de l'eau - Dosage du mercure - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique. Paris. AFNOR, 2007.

Norme NF EN 1484. Juillet 1997. Analyse de l'eau – Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (COT) et carbone organique dissous (COD). Paris. AFNOR, 1997.

Norme NF EN 1622. Octobre 2006. Qualité de l'eau – Détermination du seuil d'odeur (TON) et du seuil de flaveur (TFN). Paris. AFNOR, 2006.

Norme NF EN 12338. Octobre 1998. Qualité de l'eau - Dosage du mercure - Méthodes après enrichissement par amalgame. Paris. AFNOR, 1998.

Norme NF EN 12873-1. Août 2014. Influence des matériaux en contact sur l'eau destinée à la consommation humaine - Influence de la migration - Partie 1 : méthode d'essai des matériaux de fabrication industrielle constitués de ou contenant des matériaux organiques ou vitreux (émaux vitrifiés) - Influence sur l'eau des matériaux en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine. Paris. AFNOR, 2014.

Norme NF EN 12873-2. Juin 2005. Influence sur l'eau des matériaux destinés à entrer en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine – Influence de la migration – Partie 2 : méthode d'essai des matériaux appliqués sur site excepté les matériaux métalliques et ceux à base de ciment. Paris. AFNOR, 2005. 27p.

Norme NF EN 13052-1. Janvier 2002. Influence des matériaux sur l'eau destinée à la consommation humaine - Matériaux organiques - Évaluation de la couleur et de la turbidité de l'eau dans les réseaux de conduites - Partie 1 : méthode d'essai. Paris. AFNOR, 2002.

Norme NF EN 14395-1. Décembre 2004. Influence des matériaux organiques sur l'eau destinée à la consommation humaine – Evaluation organoleptique de l'eau dans les systèmes de stockage – Partie 1 : méthode d'essai. Paris. AFNOR, 2004.

Norme pr NF EN 15768. Août 2014. Identification CG-SM des composés organiques lixiviables à l'eau dans des matériaux en contact avec de l'eau destinée à la consommation humaine.

Norme NF EN ISO 7027. Mars 2000. Qualité de l'eau - Détermination de la turbidité. Paris. AFNOR, 2000.

Norme NF EN ISO 7887. Mars 2012. Qualité de l'eau - Examen et détermination de la couleur. Paris. AFNOR, 2012.

Norme NF EN ISO 10301. Juillet 1997. Qualité de l'eau - Dosage des hydrocarbures halogénés hautement volatils - Méthodes par chromatographie en phase gazeuse. Paris. AFNOR, 1997.

Norme NF EN ISO 15680. Janvier 2004. Qualité de l'eau - Dosage par chromatographie en phase gazeuse d'un certain nombre d'hydrocarbures aromatiques monocycliques, du naphthalène et de divers composés chlorés par dégazage, piégeage et désorption thermique. Paris. AFNOR, 2004.

Norme NF EN ISO 17294-2. Avril 2005. Qualité de l'eau - Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) - Partie 2 : dosage de 62 éléments. Paris. AFNOR, 2005.

Norme NF EN ISO 17852. Mars 2008. Qualité de l'eau - Dosage du mercure - Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique. Paris. AFNOR, 2008.

Norme – Document technique unifié (DTU). NF DTU 60.31 (Mai 1993). Canalisations en chlorure de polyvinyle non plastifié : eau froide avec pression. CSTB éditions.

Norme NSF/ANSI Standard 61. October 2013. Drinking water system components – Health effects. USA. ANSI, 2013.

6.3 Législation et réglementation

Code de la consommation (2004). Chapitre II : Obligation générale de conformité – Article L212-1 modifié par Ordonnance n°2004-670 du 9 juillet 2004 – art.6 JORF du 10 juillet 2004.

Code de la consommation (2014). Section 1 : Pratiques commerciales trompeuses et publicité – Article L121-1 modifié par la loi n°2014-344 du 17 mars 2014 – art 29.

Code de la santé publique (2007). Section 2 : Dispositions relatives à l'exploitation d'une source d'eau minérale naturelle – Articles R1321-95, R1322-31 et 36 modifiés par Décret n°2007-49 du 11 janvier 2007 – art.3 JORF 12 janvier 2007.

Code de la santé publique (2011). Section 1 : Eaux destinées à la consommation humaine à l'exclusion des eaux minérales naturelles – Articles R1321-48 et 49 modifié par décret n°2011-385 du 11 avril 2011.

Directive 98/83/CE du Conseil du 3 novembre 1998 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine. Journal officiel des Communautés européennes n°L330 du 5 décembre 1998 : 32-54.

DGS (1999). Circulaire DGS/VS 4 n°99/217 du 12 avril 1999 relative aux matériaux utilisés dans les installations fixes de distribution d'eaux destinées à la consommation humaine. NOR : MESP9930243C.

DGS (2000). Circulaire DGS/VS 4 n°2000/232 du 27 avril 2000 modifiant la circulaire DGS/VS 4 n°99-217 du 12 avril 1999 relative aux matériaux utilisés dans les installations fixes de distribution d'eaux destinées à la consommation humaine. NOR : MESP0030145C.

DGS (2002). Circulaire DGS/SD7A n°2002/571 du 25 novembre 2002 relative aux modalités de vérification de la conformité sanitaire des accessoires et des sous-ensembles d'accessoires, constitués d'au moins un composant organique entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine. NOR : SANP0230598C.

DGS (2006).Circulaire DGS/SD7A/2006/370 du 21 août 2006 relative aux preuves de conformité sanitaire des matériaux et produits finis organiques renforcés par des fibres, entrant au contact d'eau destinée à la consommation humaine, à l'exclusion d'eau minérale naturelle. NOR : SANP0630366C.

Règlement (CE) n° 1935/2004 du Parlement Européen et du Conseil du 27 octobre 2004 concernant les matériaux et objets destinés à être au contact des aliments et abrogeant les Directives 80/590/CEE et 89/109/CEE. Journal officiel de l'Union européenne n°L338/4 du 13 novembre 2004.

Règlement (CE) n°1272/2008 du Parlement Européen et du Conseil du 16 décembre 2008 relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances et des mélanges, modifiant et abrogeant les directives 67/548/CEE et 1999/45/CE et modifiant le règlement (CE) n°1907/2006. Journal officiel de l'Union européenne n°353/1 du 31 décembre 2008.

Règlement (UE) n° 10/2011 modifié de la Commission du 14 janvier 2011 concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires. Journal officiel de l'Union européenne n°L12/1 du 15 janvier 2011.

Règlement n° 305/2011/CE du Parlement européen et du Conseil du 9 mars 2011 établissant des conditions harmonisées de commercialisation pour les produits de la construction. Journal officiel de l'Union européenne n°L88/5 du 4 avril 2011.

Journal officiel de la République française (2004). Arrêté du 29 mai 1997 relatif aux matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine. Version consolidée au 23 octobre 2004 – NOR : TAP9722602A.

Journal officiel de la République française (2007). Arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine mentionnées aux articles R. 1321-2, R. 1321-3, R. 1321-7 et R. 1321-38 du code de la santé publique. NOR : SANP0720201A.

Journal officiel de la République française (2009). Arrêté du 18 août 2009 relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R*. 1321-52 du code de la santé publique. NOR : SASP0920244A.

Drinking Water Decree Article 4 – Regulation of December 7, 2002, nr BWL/2002095022. (Réglementation Pays Bas).

ANNEXES

Annexe 1 : Décision d'autosaisine



AUTOSAISINE

2013 -SA- 0 2 3 0

Le directeur général de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses),

Vu le code de la santé publique, et notamment son article L. 1313-3 conférant à l'Anses la prérogative de se saisir de toute question en vue de l'accomplissement de ses missions,

Décide :

Article 1^{er}.- L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (Anses) se saisit afin de réaliser une expertise dont les caractéristiques sont listées ci-dessous.

1.1 Thématiques et objectifs de l'expertise

Cette expertise concerne l'actualisation des lignes directrices relatives à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine, publiées par l'Agence en 2010.

1.2 Contexte de l'autosaisine

En 2010, l'Anses a publié des lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine (EDCH).

Ces dernières recommandent la réalisation d'essais de migration selon un protocole basé sur la norme NF EN 12873-2¹ et fixent des critères d'acceptabilité provisoires dans l'attente de la réalisation d'essais de migration selon le protocole proposé sur des adhésifs disposant d'un certificat de conformité aux listes positives de référence (CLP) ou dont la formulation est conforme aux préconisations des lignes directrices de l'Anses. Ainsi, l'Agence a fait réaliser, par un laboratoire habilité par le ministère chargé de la santé en application de l'article R*.1321-52 du code de la santé publique², des essais de migration sur les différentes catégories d'adhésifs utilisés au contact des EDCH³.

¹ NF EN 12873-2 Influence sur l'eau des matériaux destinés à entrer en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine – Influence de la migration – Partie 2 : méthode d'essai des matériaux appliqués sur site excepté les matériaux métalliques et ceux à base de ciment.

² Arrêté du 18 août 2009 relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R*. 1321-52 du code de la santé publique.

³ Lettre de commande du 03/01/2012 référence ULE/2012/004 – Marché n°2011H000043 relatif à des essais de migration sur différentes catégories d'adhésifs utilisés dans les systèmes d'adduction d'eau potable.

L'Agence s'autosaisit afin d'actualiser les lignes directrices de 2010 au regard des enseignements issus de cette étude (rapport du 31/10/2012⁴) et d'harmoniser ces dernières avec celles relatives aux matériaux organiques élaborées par l'Agence en 2013 (cf. saisines n° 2012-SA-0113⁵ et 2012-SA-0114⁶).

1.3 Questions sur lesquelles portent les travaux d'expertise à mener

Les lignes directrices préciseront les conditions d'obtention d'une attestation de conformité sanitaire (ACS) pour les adhésifs et viseront :

- la nature des informations à fournir par les responsables de la mise sur le marché des adhésifs pour l'obtention d'une ACS,
- les conditions d'examen de la conformité de la formulation chimique des adhésifs,
- la nature des essais de migration à réaliser comprenant les conditions de mise en eau et les paramètres à mesurer dans les eaux d'essais,
- les critères d'acceptabilité des adhésifs.

1.4 Durée prévisionnelle de l'expertise

La durée prévisionnelle de cette expertise est de 12 mois.

Article 2.- Un rapport actualisant celui d'août 2010 sera émis et publié par l'Agence à l'issue des travaux.

Fait à Maisons-Alfort, le 17 DEC. 2013



Marc MORTUREUX
Directeur général

⁴ Anses (rapport du 31/10/2012). Validation des critères d'acceptabilité des essais de migration de certains adhésifs pour matériaux au contact de l'eau destinée à la consommation humaine.

⁵ Avis n° 2012-SA-0113 du 5 février 2013 relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Modalités d'évaluation de la formulation.

⁶ Avis n° 2012-SA-0114 du 23 juillet 2013 modifié le 19 septembre 2013 relatif l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'eau destinée à la consommation humaine (MCDE) - Paramètres à mesurer dans les eaux issues des essais de migration et critères d'acceptabilité.

Annexe 3 : Rapport de l'étude de 2012



VALIDATION DES CRITERES D'ACCEPTABILITE DES ESSAIS DE MIGRATION DE CERTAINS ADHESIFS POUR MATERIAUX AU CONTACT DE L'EAU DESTINEE A LA CONSOMMATION HUMAINE (MCDE)



SOMMAIRE

| | |
|---|-----------|
| I. CONTEXTE ET OBJET DE L'ETUDE..... | 3 |
| II. EXECUTION DU MARCHE..... | 3 |
| II.1 - Adhésifs testés..... | 3 |
| II.2 - Mise en œuvre des essais..... | 5 |
| II.3 - Montages..... | 5 |
| II.4 - Mise en contact avec l'eau d'essai..... | 10 |
| III. PRESENTATION DES RESULTATS | 12 |
| III.1 - Résultats Colle A (THF > MEC) | 12 |
| III.2 - Résultats Colle B (THF < MEC) | 14 |
| III.3 - Résultats Colle C (Acrylate)..... | 15 |
| III.4 - Résultats Colle D (Silicone) | 17 |
| IV. INTERPRETATION DES RESULTATS | 18 |
| IV.1 - Paramètres organoleptiques..... | 18 |
| IV.2 - THM..... | 18 |
| IV.3 - Paramètres disposant d'une limite de qualité ou CMR..... | 18 |
| IV.4 - Carbone Organique Total (COT) | 19 |
| IV.5 - Profil GCMS | 19 |
| V. CONCLUSION | 21 |

I. CONTEXTE ET OBJET DE L'ETUDE

L'eau destinée à la consommation humaine (EDCH) est indispensable à la vie et à la santé. A ce titre, elle doit être distribuée à la population en continu, en quantité et à une pression suffisantes et respecter les exigences de qualité fixées par le code de la santé publique (CSP).

Certains matériaux et objets peuvent, au contact d'une EDCH, être à l'origine de dégradation de ses qualités organoleptique, physico-chimique ou microbiologique et engendrer, de ce fait, un non-respect des exigences de qualité fixées par le CSP, voire des effets sanitaires pour les consommateurs.

Ainsi, l'innocuité sanitaire des matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'EDCH doit être évaluée.

L'Anses a notamment pour mission d'élaborer des lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaire de différentes catégories de MCDE : matériaux organiques, matériaux métalliques, matériaux minéraux, liants hydrauliques et « produits assemblés ».

Afin de valider les critères d'acceptabilité relatifs aux essais de migration proposés dans ses lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine (rapport Anses n° 2007-SA-0086 d'août 2010), l'Anses doit faire réaliser des essais de migration sur les différentes catégories d'adhésifs utilisés dans les systèmes d'adduction d'eau potable.

Eurofins Expertises Environnementales est habilité par le ministère de la santé selon les termes de l'arrêté du 18 août 2009 relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R*. 1321-52 du code de la santé publique. Dans ce cadre, des dizaines de compositions d'adhésifs ont fait l'objet d'évaluation par le laboratoire au regard de la réglementation pour le contact avec les EDCH.

II. EXECUTION DU MARCHE

Les essais de migration ont été effectués conformément aux « lignes directrices pour l'évaluation de l'innocuité sanitaire des adhésifs utilisés dans les installations de production, de distribution et de conditionnement d'eau destinée à la consommation humaine » au sein du service Alimentarité des matériaux d'Eurofins Expertises Environnementales.

II.1 - Adhésifs testés

Les produits suivants ont été testés, après validation par l'Anses :

II.1.1. Adhésifs à base de solvants

L'Anses souhaite tester un adhésif à base de tétrahydrofurane (THF) et un autre à base de méthyléthylcétone (MEC).

Les données disponibles indiquent que pour les adhésifs à base PVC, le THF et le MEC sont utilisés conjointement dans des proportions relatives, ou que le MEC est mélangé à un autre solvant.

Les compositions évaluées peuvent être réparties dans les classes suivantes :

- une part de THF prépondérante (55% de THF pour 25% de MEC)
- une part de MEC prépondérante (54% de MEC pour 25% de THF)
- des parts de MEC et de THF équivalentes
- un adhésif comportant 18 % de MEC avec 41% d'acétone

L'Anses a choisi de tester les deux formulations suivantes :

- une part de THF prépondérante (55% de THF pour 25% de MEC) – colle A
- une part de MEC prépondérante (54% de MEC pour 25% de THF) – colle B

Ces deux produits sont couverts par un certificat de Conformité aux Listes Positives (CLP) délivré par Eurofins Expertises Environnementales.

II.1.2. Adhésifs obtenus par polymérisation

L'Anses souhaite tester autant de types d'adhésifs obtenus par polymérisation que possible. Parmi les formulations vérifiées par le service Alimentarité des Matériaux, plusieurs références appartiennent aux catégories suivantes (toutes sont couvertes par un CLP) :

- base acrylate
- base silicone
- base polyuréthane

Notes :

- 1- Cas des formulations à base époxydiques : Eurofins Expertises Environnementales n'a pas étudié de compositions conformes aux critères d'acceptabilité énoncés au paragraphe 3.3.1 du rapport de l'Anses. Des colles époxy destinées à l'emportage de membranes filtrantes ont fait l'objet d'évaluation et ont une formulation conforme, toutefois ce type de colle n'est pas adapté à la réalisation des montages décrits dans la présente étude.
- 2- Cas des cyanoacrylates : aucune des compositions de ce type d'adhésifs évaluées par Eurofins Expertises Environnementales n'est conforme aux critères d'acceptabilité énoncés au paragraphe 3.3.1 du rapport de l'Anses.
- 3- Il était initialement prévu de tester une colle à base de polyuréthane. Cependant le fabricant des deux références couvertes par un CLP n'a pas pu nous fournir d'échantillon car les produits ne sont plus vendus ni fabriqués. Les essais sur ce type d'adhésif n'ont pu être effectués.

L'Anses a choisi de tester les deux formulations suivantes :

- une base acrylate – colle C
- une base silicone – colle D

Ces deux produits sont couverts par un certificat de Conformité aux Listes Positives (CLP) délivrés par Eurofins Expertises Environnementales.

II.2 - Mise en œuvre des essais

II.3 - Montages

II.3.1. Adhésifs à base de solvants

Conformément aux lignes directrices, les montages ont été réalisés à l'aide de :

- Tronçons de tubes chanfreinés, normalisés, ayant un diamètre extérieur nominal de 32, une pression nominale de 16, d'une longueur de 9,1 cm et disposant d'une ACS.
- Manchons normalisés ayant un diamètre intérieur nominal de 32, comportant une butée intérieure et disposant d'une ACS

[Tapez une citation prise dans le document, ou la synthèse d'un passage intéressant. Vous pouvez placer la zone de texte n'importe où dans le document et modifier sa mise en forme à l'aide de l'onglet Outils de dessin.]



Figure 1- Matériaux nécessaires pour un montage PVC

Les lignes directrices ne donnent pas de consigne concernant le système permettant d'obturer un côté du montage. Eurofins Expertises Environnementales a décidé d'utiliser un bouchon en PVC (normalisé ayant un diamètre intérieur nominal de 32 et disposant d'une ACS, il s'agit de la même matière que celle qui constitue les manchons), qui sera collé de la même façon que les manchons.

Il y a donc un bourrelet de colle supplémentaire à prendre en compte lors de l'interprétation des résultats. Le rapport surface / volume testé est donc plus important que celui indiqué dans les LD.

Pour 20 bourrelets répartis sur 1 m, le rapport S/V calculé est de 46 cm²/L (valeur donnée dans le LD). Dans le cas testé (21 bourrelets), il est estimé à 48,3 cm²/L (21/ 20 x 46).

En assemblant ces éléments, le dispositif (11 tronçons + 10 manchons + 1 bouchon) mesure 1,04 m (épaisseur du bouchon comprise).

Conformément aux instructions des fabricants (identiques pour la colle A et B) et des lignes directrices, chaque montage a été réalisé de la façon suivante (au préalable, les matériaux sont bien nettoyés et séchés afin d'éviter toute trace de poussières) :

1. Peser l'emballage

Pour chaque collage :

2. Appliquer la colle sur le manchon (couche fine) et le tube (couche plus épaisse) de manière uniforme. Les outils utilisés pour l'application sont ceux fournis avec les colles testées (pinceau et rouleau intégrés dans les bouchons des produits)

3. Assembler immédiatement et ne plus toucher (si nécessité d'ajustement, le faire d'un seul coup et ne pas tourner à plus de 45°)
4. Ôter l'excédent de colle à l'aide d'un papier
5. Une fois la totalité du montage réalisée : peser de nouveau l'emballage ainsi que l'excédent récupéré sur le papier

Afin de collecter un volume d'eau suffisant pour la mesure de l'ensemble des paramètres, trois montages sont nécessaires. Les analyses étant à effectuer sur deux types d'eau (chlorée et non chlorée), six montages par types de colle ont été réalisés au total. Le technicien a veillé à reproduire au mieux son geste à chaque montage.

Un temps de séchage de 24h a été mis en œuvre pour les colles A et B, tel que préconisé par le fabricant.



Figure 2 - Application de l'adhésif sur le manchon



Figure 3 - Application de l'adhésif sur le tube



Figure 4 - Assemblage



Figure 5 - Montages terminés (colle A)

Figure 6 - Montages terminés (colle B)

Le tableau ci-après présente la quantité de colle utilisée pour chaque montage.
Ce calcul est effectué à l'aide des pesées réalisées lors de la fabrication des montages :

Poids de colle par montage =
(poids de l'emballage avant montage – poids de l'emballage après montage) - poids de l'excédent de colle retirée à l'aide du papier

| | Tube 1 | Tube 2 | Tube 3 | Tube 4 | Tube 5 | Tube 6 |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Colle A | 13,07 g | 12,88 g | 14,30 g | 19,02 g | 15,84 g | 13,26 g |
| Colle B | 25,09 g | 17,17 g | 17,26 g | 16,92 g | 18,57 g | 15,44 g |

II.3.1. Adhésifs obtenus par polymérisation

Concernant ce type d'adhésifs, les lignes directrices préconisent l'utilisation de tubes en acier galvanisé et de manchons en fonte malléable galvanisée dont la composition respecte l'arrêté du 29 mai 1997.

Les industriels contactés pour la fabrication de ces pièces ne proposaient qu'une galvanisation à chaud. Cette technique ne permettant pas de respecter les préconisations de l'arrêté, en accord avec l'ANSES, il a été décidé d'utiliser des tubes et manchons en acier inoxydable 316L conforme à la réglementation en vigueur pour les métaux au contact de l'eau potable :

- Tronçons de tubes filetés normalisés ayant un diamètre extérieur nominal de 26,9 cm et une longueur de 10 cm
- Manchons filetés normalisés et ayant un diamètre intérieur de $\frac{3}{4}$ de pouce

Note : L'assemblage de 11 tubes et 10 manchons tels que mentionnés ci-dessus conduit à un montage d'une longueur supérieure à 1 m. Comme mentionné au point 7.2.2.1 de la norme 12873-2, le nombre d'assemblages a été adapté afin d'obtenir la longueur totale souhaitée.

Des tronçons d'une longueur inférieure auraient pu être utilisés. Cependant leur fabrication n'est pas standard et aurait relevé d'une commande « à façon » peu compatible avec des études en laboratoire.



Figure 7 - Matériaux nécessaires pour un montage métallique

Afin d'obturer un côté du montage, Eurofins Expertises Environnementales a décidé d'utiliser un bouchon fileté en acier inoxydable 316L (ayant un diamètre intérieur de $\frac{3}{4}$ de pouce et conforme à l'arrêté du 29 mai 1997), qui sera collé de la même façon que les manchons.

Par ailleurs, pour respecter la longueur du dispositif d'1 m, le montage est constitué de 9 tronçons, 8 manchons et un bouchon (soit 17 bourrelets de colle au contact de l'eau).

Le système ainsi constitué présente 17 bourrelets de colle, soit 3 de moins à prendre en compte lors de l'interprétation des résultats. Le rapport surface / volume testé est donc moins important que celui indiqué dans les LD.

Pour 20 bourrelets répartis sur 1 m, le rapport S/V calculé est de 56 cm²/L (valeur donnée dans les LD). Dans le cas testé (17 bourrelets), il est estimé à 47,6 cm²/L (17/ 20 x 56).

Les protocoles d'application des colles C et D sont identiques, ils ont été mis en œuvre sur des surfaces propres et sèches (préconisations des fabricants) :

1. Peser l'emballage
Pour chaque collage :

2. Appliquer de la colle sur les deux premiers tours du pas de vis mâle à l'aide des embouts applicateurs
3. Assembler le tronçon et le raccord en vissant
4. Ôter l'excédent de colle à l'aide d'un papier
5. Une fois la totalité du montage réalisée : peser de nouveau l'emballage ainsi que l'excédent récupéré sur le papier

Afin de collecter un volume d'eau suffisant pour la mesure de l'ensemble des paramètres, trois montages sont nécessaires. Les analyses étant à effectuer sur deux types d'eau (chlorée et non chlorée), six montages par types de colle ont été réalisés au total. Le technicien a veillé à reproduire au mieux son geste à chaque montage.

Des temps de séchage de 48h pour la colle C et 24h pour la colle D ont été mis en œuvre, conformément aux indications des fabricants.



Figure 8 - Application colle C



Figure 9 - Application colle D



Figure 10 - Assemblage colle C



Figure 11 - Assemblage colle D

Le tableau ci-après présente la quantité de colle pesée pour chaque montage :

| | Tube 1 | Tube 2 | Tube 3 | Tube 4 | Tube 5 | Tube 6 |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Colle C | 2,68 g | 2,48 g | 2,58 g | 2,85 g | 2,70 g | 2,86 g |
| Colle D | 1,85 g | 2,02 g | 2,30 g | 2,24 g | 2,57 g | 2,68 g |



Figure 12 - Montages colle C



Figure 13 - Montages colle D

II.4 - Mise en contact avec l'eau d'essai

Tous les montages sont rincés à l'eau du robinet par circulation de bas en haut et évacuation par surverse pendant 1 heure.

Ils sont ensuite remplis avec les 2 types d'eaux, soit pour chaque type de colle :

- 3 montages avec de l'eau ultrapure non chlorée
- 3 montages avec de l'eau ultrapure chlorée à 1ppm

Parallèlement, des témoins sont réalisés à l'aide de montages non encollés. Il est préconisé dans les lignes directrices de remplir des tubes témoin de 1 m, cependant leur obturation à l'aide des bouchons utilisés pour les essais ne permet pas d'obtenir des systèmes étanches en absence de colle.

Par conséquent, les témoins ont été réalisés en immergeant les matériaux, dans chaque type d'eau, selon un rapport surface/volume identique à celui des montages testés.

Les essais sont réalisés suivant le protocole de la norme NF EN 12873-2, défini ci-après :

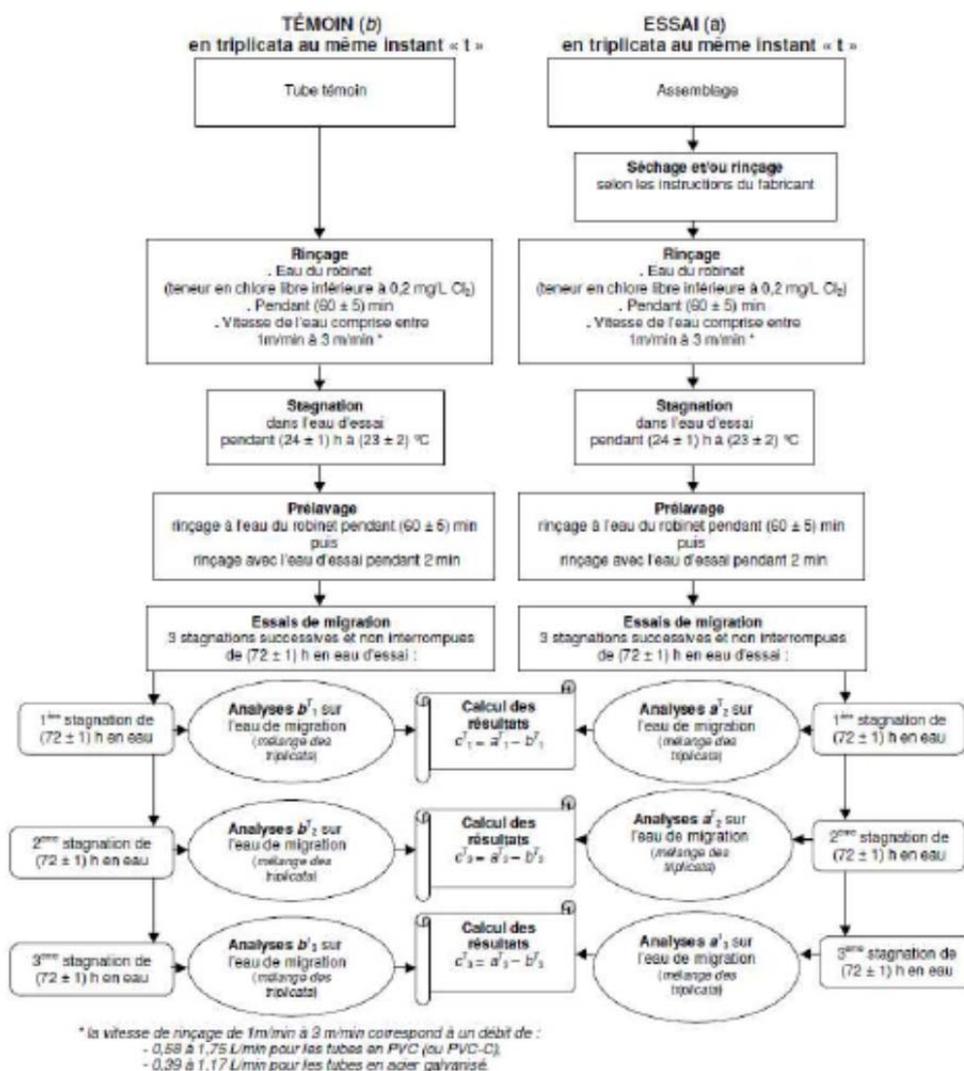


Figure 14 : Logigramme du mode opératoire

Au terme de chaque période de stagnation de 72h, les eaux de migration correspondantes à un type de colle sont récupérées et mélangées pour être analysées.

Note concernant la colle C (acrylate) :

Durant la première période de stagnation de 24 h, des fuites sont apparues sur 2 des montages de la colle C en eau chlorée (volume perdu de l'ordre de 100 ml par montage, en 24 heures).

Ces fuites ont été colmatées avec du PTFE en ruban (matériau testé régulièrement au laboratoire et vérifié inerte), maintenu sur le système à l'aide de Parafilm (voir figure 15). Un morceau de ce PTFE a également été ajouté au témoin correspondant.



Figure 15 - Colmatage de fuite

Ce système de colmatage s'est révélé efficace et a permis la poursuite des essais avec ces montages.

Bien que les excédents aient été éliminés lors de la fabrication des montages, de nouvelles traces de colle sont apparues à l'extérieur des filetages durant la période de séchage, ce dernier paraissant incomplet (ces traces sont visibles sur le filetage de droite de la figure 15 – colle de couleur verte).

III. PRESENTATION DES RESULTATS

Pour chaque type de colle et chaque eau d'essai, les analyses suivantes ont été réalisées :

- Carbone organique totale (COT) selon NF EN 1481
- Odeur/flaveur selon NF EN 1622
- Trihalométhanes (Chloroforme / Bromoforme / Dibromochlorométhane / Dichlorobromométhane) selon NF EN ISO 15680
- Profil GCMS selon pr NF EN 15768

De plus, les lignes directrices indiquent qu'il est nécessaire d'effectuer

- la recherche spécifique des paramètres disposant d'une limite ou d'une référence de qualité fixée dans l'arrêté du 11 janvier 2007, s'ils sont présents dans la formulation de l'adhésif
- la recherche spécifique des substances figurant sur les listes de substances CMR si elles sont présentes dans la formulation de l'adhésif

Considérant la composition des différentes colles et les capacités analytiques du laboratoire, les mesures suivantes ont également été réalisées sur les eaux de migrations :

Colles A et B : Chlorure de vinyle (cité dans l'arrêté du 11 janvier 2007 et classé parmi les substances CMR)

III.1 - Résultats Colle A (THF > MEC)

Le tableau ci-après reprend les résultats des analyses des eaux de migration non-chlorée et chlorée mises en contact avec les montages réalisés à l'aide de la colle A :

| | | | Eau non chlorée | | Eau Chlorée | |
|----------------------------|----|--------|-----------------|------------------------|---------------|------------------------|
| | | | Témoin | Colle A | Témoin | Colle A |
| Paramètres Organoleptiques | T1 | Odeur | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 7 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 5 | Colle 7 Plastique 7 |
| | T2 | Odeur | Plastique 1,5 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 1,5 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 |
| | T3 | Odeur | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| COT (mg/L) | T1 | | < 0,20 | 25,6 | < 0,20 | 22,4 |
| | T2 | | < 0,20 | 15 | < 0,20 | 13,0 |
| | T3 | | < 0,20 | 9,3 | < 0,20 | 8,2 |
| Chloroforme (µg/L) | T1 | | < 0,50 | < 0,50 | 2 | 41 |
| | T2 | | < 0,50 | 0,65 | < 0,50 | 22 |
| | T3 | | < 0,50 | 0,55 | 0,62 | 43 |

Les résultats des mesures de :

- chlorure de vinyle
 - bromoforme, dichlorobromométhane, dibromochlorométhane
- sont inférieurs à la Limite de Quantification (LQ = 0,5 µg/L pour chaque substance).

Le tableau ci-dessous présente les résultats du profil GCMS :

| | | Eau non chlorée | Eau Chlorée |
|------|----|--|--|
| GCMS | T1 | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 216 µg/L ayant une structure proche de celle du d-Galactano-1,4-lactone, 5,6-O-(ethylboranediyl)-2 . | - tr = 7,7 min : substance semi-quantifiée à 15,3 µg/L ayant une structure proche de celle du metaldehyde - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 53,3 µg/L ayant une structure proche de celle du d-Galactano-1,4-lactone, 5,6-O-(ethylboranediyl)-2 |
| | T2 | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 8,2 µg/L ayant une structure proche de celle du 2-methylcyclopentanone | - tr = 7,7 min : substance semi-quantifiée à 21,2 µg/L ayant une structure proche de celle du metaldehyde - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 113 µg/L ayant une structure proche de celle du Methylphosphonic acid, fluoroanhydride |
| | T3 | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 8,0 µg/L ayant une structure proche de celle de la cyclohexanone | - tr = 7,9 min : substance semi-quantifiée à 242 µg/L ayant une structure proche de celle de l'acide hydrazoïque - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 1600 µg/L ayant une structure proche de celle du 1,1'-Bicyclohexyl-1,1'-diol |

tr = temps de rétention

III.2 - Résultats Colle B (THF < MEC)

Le tableau ci-dessous reprend les résultats des analyses des eaux de migration non-chlorée et chlorée mises en contact avec les montages réalisés à l'aide de la colle B :

| | | | Eau non chlorée | | Eau Chlorée | |
|----------------------------|----|--------|-----------------|------------------------|---------------|------------------------|
| | | | Témoin | Colle B | Témoin | Colle B |
| Paramètres Organoléptiques | T1 | Odeur | Plastique 2 | Colle 5 Plastique 5 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 7 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 5 | Colle 7 Plastique 7 |
| | T2 | Odeur | Plastique 1,5 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 1,5 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 |
| | T3 | Odeur | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| | | Saveur | Plastique 3 | Colle 7 Plastique 7 | Plastique 2 | Colle 7 Plastique 7 |
| COT (mg/L) | T1 | < 0,20 | 50,2 | < 0,20 | 34,0 | |
| | T2 | < 0,20 | 24,2 | < 0,20 | 19,0 | |
| | T3 | < 0,20 | 15,1 | < 0,20 | 11,3 | |
| Chloroforme (µg/L) | T1 | < 0,50 | < 0,50 | 2 | 48 | |
| | T2 | < 0,50 | < 0,50 | < 0,50 | 39 | |
| | T3 | < 0,50 | < 0,50 | 0,62 | 96 | |

Les résultats des mesures de :

- chlorure de vinyle
- bromoforme, dichlorobromométhane, dibromochlorométhane

sont inférieurs à la Limite de Quantification (LQ = 0,5 µg/L pour chaque substance).

Le tableau ci-dessous présente les résultats du profil GCMS :

| | | Eau non chlorée | Eau Chlorée |
|------|----|---|--|
| | | GCMS | |
| GCMS | T1 | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 39,8 µg/L ayant une structure proche de celle du Methylphosphonic acid, fluoroanhydride. - tr = 18,2 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 8,4 µg/L | - tr = 7,8 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 30,7 µg/L - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 53,3 µg/L ayant une structure proche de celle du d-Galactano-1,4-lactone, 5,6-O-(ethylboranediyl)-2 - tr = 18,2 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 10,2 µg/L |
| | T2 | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 21,4 µg/L ayant une structure proche de celle de la Cyclohexanone. - tr = 18,2 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 8,7 µg/L | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 23,6 µg/L ayant une structure proche de celle de la Cyclohexanone - tr = 18,2 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 8,7 µg/L |
| | T3 | Screening non réalisé - Problème à l'injection | - tr = 13,3 min : substance semi-quantifiée à 59,7 µg/L ayant une structure proche de celle de la cyclohexanone - tr = 14,5 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 32,5 µg/L - tr = 18,2 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 15,4 µg/L |

III.3 - Résultats Colle C (Acrylate)

Le tableau ci-dessous reprend les résultats des analyses des eaux de migration non-chlorée et chlorée mises en contact avec les montages réalisés à l'aide de la colle C :

| | | | Eau non chlorée | | Eau Chlorée | |
|----------------------------|----|--------|-----------------|---------------------------|-------------|---------------------------|
| | | | Témoin | Colle C | Témoin | Colle C |
| Paramètres Organoleptiques | T1 | Odeur | Néant | Colle > 7 Solvant > 7 | Néant | Colle > 7 Solvant > 7 |
| | | Saveur | Néant | N.M. (1) | Néant | N.M. |
| | T2 | Odeur | Néant | Colle > 7 Chimique > 7 | Néant | Colle > 7 Chimique > 7 |
| | | Saveur | Amer 1,5 | N.M. | Amer 1,5 | N.M. |
| | T3 | Odeur | Néant | Colle > 7 Chimique > 7 | Néant | Colle > 7 Chimique > 7 |
| | | Saveur | Amer 1,5 | N.M. | Amer 1,5 | N.M. |
| COT (mg/L) | T1 | < 0,20 | 61 | < 0,20 | 70,2 | |
| | T2 | < 0,20 | 28,6 | < 0,20 | 35,4 | |
| | T3 | < 0,20 | 40,6 | < 0,20 | 45,5 | |
| Chloroforme (µg/L) | T1 | < 0,50 | < 0,50 | 0,53 | < 0,50 | |
| | T2 | < 0,50 | < 0,50 | 0,60 | < 0,50 | |
| | T3 | < 0,50 | < 0,50 | 0,60 | 0,58 | |

(1) N.M. : non mesurée - Odeur trop forte

Les résultats des mesures de bromoforme, dichlorobromométhane, dibromochlorométhane sont inférieurs à la Limite de Quantification (LQ = 0,5 µg/L pour chaque substance).

Le screening GCMS permet de constater une très forte migration (de l'ordre du mg/L) qui rend toute tentative de quantification non-pertinente.

Un suivi spécifique de 4 composés migrants quantifiables a tout de même pu être effectué dans l'optique de vérifier leur cinétique de relargage au cours des essais (T1, T2, T3). Voir tableau ci-après.

| | | Eau non chlorée | Eau Chlorée |
|------|----|--|--|
| GCMS | T1 | - tr = 7,6 min : substance non-identifiée semi-quantifiée à 28,4 µg/L - tr = 14,1 min : substance semi-quantifiée à 26,6 µg/L ayant une structure proche de celle du cumène - tr = 15,9 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 67,1 µg/L - de tr = 17 min à tr = 32,6 min : saturation du signal - tr = 50,1 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 89,1 µg/L | - tr = 7,6 min : substance non-identifiée semi-quantifiée à 32,1 µg/L - tr = 14,1 min : substance semi-quantifiée à 22,7 µg/L ayant une structure proche de celle du cumène - tr = 15,9 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 64 µg/L - de tr = 17 min à tr = 32,6 min : saturation du signal - tr = 50,1 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 98,9 µg/L |
| | T2 | - tr = 7,7 min : substance semi-quantifiée à 13,8 µg/L ayant une structure proche de celle du methyl methacrylate - tr = 14,1 min : substance semi-quantifiée à 30,3 µg/L ayant une structure proche de celle du cumène - tr = 15,9 min : substance semi-quantifiée à 63,2 µg/L ayant une structure proche de celle du 2-Butenoic acid, butyl ester - de tr = 17 min à tr = 32,6 min : saturation du signal - tr = 50,1 min : substance non identifiée semi- | - tr = 7,7 min : substance non-identifiée semi-quantifiée à 14,6 µg/L - tr = 14,1 min : substance semi-quantifiée à 25,3 µg/L ayant une structure proche de celle du cumène - tr = 15,9 min : substance semi-quantifiée à 60,0 µg/L ayant une structure proche du N-Butyl methacrylate - de tr = 17 min à tr = 32,6 min : saturation du signal - tr = 50,1 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 29,9 µg/L |
| | T3 | Screening non réalisé - Problème à l'injection | - tr = 7,7 min : substance semi-quantifiée à 6,4 µg/L ayant une structure proche de celle du methyl methacrylate - tr = 14,1 min : substance semi-quantifiée à 24,5 µg/L ayant une structure proche de celle du cumène - tr = 15,9 min : substance semi-quantifiée à 43,1 µg/L ayant une structure proche du N-Butyl methacrylate - de tr = 17 min à tr = 32,6 min : saturation du signal - tr = 50,1 min : substance non identifiée semi-quantifiée à 53,2 µg/L |

III.4 - Résultats Colle D (Silicone)

Le tableau ci-dessous reprend les résultats des analyses des eaux de migration non-chlorée et chlorée mises en contact avec les montages réalisés à l'aide de la colle D :

| | | Eau non chlorée | | Eau Chlorée | | |
|----------------------------|----|-----------------|----------|-------------------------|----------|--------------------------|
| | | Témoin | Colle D | Témoin | Colle D | |
| Paramètres Organoleptiques | T1 | Odeur | Néant | Colle 7 | Néant | Colle 7 |
| | | Saveur | Néant | Colle 7 | Néant | Colle 7 |
| | T2 | Odeur | Néant | Colle 5 Métallique 5 | Néant | Chimique 7 |
| | | Saveur | Amer 1,5 | Colle 7 Métallique 7 | Amer 1,5 | Amer > 7 Chimique > 7 |
| | T3 | Odeur | Néant | Colle 7 | Néant | Chimique 7 Solvant 7 |
| | | Saveur | Amer 1,5 | Colle 7 Amer 7 | Amer 1,5 | Chimique 7 Solvant 7 |
| COT (mg/L) | T1 | < 0,20 | 2,42 | < 0,20 | 3,58 | |
| | T2 | < 0,20 | 0,58 | < 0,20 | 1,15 | |
| | T3 | < 0,20 | < 0,20 | < 0,20 | 0,36 | |
| Chloroforme (µg/L) | T1 | < 0,50 | < 0,50 | 0,53 | < 0,50 | |
| | T2 | < 0,50 | < 0,50 | 0,60 | 0,60 | |
| | T3 | < 0,50 | < 0,50 | 0,60 | 0,54 | |

Les résultats des mesures de bromoforme, dichlorobromométhane, dibromochlorométhane sont inférieurs à la Limite de Quantification (LQ = 0,5 µg/L pour chaque substance).

Le tableau ci-dessous présente les résultats du profil GCMS :

| | | Eau non chlorée | Eau Chlorée |
|------|----|--|---|
| GCMS | T1 | Aucun pic semi-quantifié à plus de 2 µg/L | Aucun pic semi-quantifié à plus de 2 µg/L |
| | T2 | Aucun pic semi-quantifié à plus de 2 µg/L | Aucun pic semi-quantifié à plus de 2 µg/L |
| | T3 | Screening non réalisé - Problème à l'injection | Aucun pic semi-quantifié à plus de 2 µg/L |

IV. INTERPRETATION DES RESULTATS

IV.1 - Paramètres organoleptiques

Aucun des adhésifs testés ne respecte le critère d'acceptabilité indiqué dans les lignes directrices (seuil < 3).

Pour la colle C, après une dilution au seuil 7 (qui représente la dilution maximale habituellement effectuée) le panel de dégustateurs n'a pas réalisé l'analyse de la saveur en raison d'une odeur encore très marquée.

Aucune colle testée ne respecte le critère d'acceptabilité pour ce paramètre.

IV.2 - THM

Pour toutes les colles testées et tous les types d'eau, la concentration en THM est inférieure au critère d'acceptabilité (Somme des 4 THM < 200 µg/L) indiqué dans les lignes directrices.

Toutes les colles respectent le critère d'acceptabilité pour ce paramètre.

Néanmoins, il est à noter que pour les adhésifs à base de solvants, la concentration en chloroforme, non détectable pour les montages mis en contact avec l'eau non chlorée, peut atteindre une concentration d'environ 50 µg/L pour les montages mis en contact avec l'eau chlorée à 1 ppm. Aucune diminution de cette concentration n'est constatée au cours des remplissages successifs.

IV.3 - Paramètres disposant d'une limite de qualité ou CMR

La concentration en chlorure de vinyle a été mesurée sur les eaux mises en contact avec les colles à base de solvant.

Pour les deux colles testées, cette substance n'est pas détectée (LQ = 0,5 µg/L).

Selon le tableau I des lignes directrices : Critères d'acceptabilité provisoires, cette substance doit satisfaire deux conditions différentes :

- Etre inférieur à la limite ou référence de qualité de l'arrêté du 11 janvier 2007 x 2, soit inférieur à 1 µg/L. Cette condition est respectée,
- Etre inférieur à 0,2 µg/L car la substance est classée CMR. La LQ de la méthode ne permet pas de vérifier cette condition.

IV.4 - Carbone Organique Total (COT)

Le tableau ci-dessous résume les résultats de COT obtenus pour chaque colle :

| | | Colle A | | Colle B | | Colle C | | Colle D | |
|---------------|----|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|-------------|
| | | Eau non chlorée | Eau chlorée |
| COT (mg/L) | T1 | 25,6 | 22,4 | 50,2 | 34,0 | 61,0 | 70,2 | 2,4 | 3,6 |
| | T2 | 15,0 | 13,0 | 24,2 | 19,0 | 28,6 | 35,4 | 0,6 | 1,2 |
| | T3 | 9,3 | 8,2 | 15,1 | 11,3 | 40,6 | 45,5 | < 0,20 | 0,4 |

Le critère d'acceptabilité, indiqué dans les lignes directrices, est de 4 mg/L après la troisième mise en contact avec les eaux d'essais.

Pour les colles A, B et C, ce critère d'acceptabilité n'est jamais atteint. La colle D (silicone) respecte ce critère après chaque période de contact, de plus, une décroissance est observée.

Il est à noter que pour la colle C, le COT mesuré augmente entre la 2nde et la 3^{ème} période de stagnation. Pour les autres colles, il y a bien décroissance au cours de l'essai.

IV.5 - Profil GCMS

Les lignes directrices spécifient qu'aucune substance ne doit migrer à plus de 15 µg/L pour les adhésifs à base de solvant et à plus de 18 µg/L pour les adhésifs obtenus par polymérisation. Ces valeurs ont été calculées pour des rapports S/V de 46 cm²/L pour les colles solvants et 56 cm²/L pour les colles obtenues par polymérisation.

Or, les contraintes techniques décrites au paragraphe III ont conduit à modifier les rapports S/V testés et par conséquent les facteurs de conversion.

Par conséquent les résultats mesurés devraient être comparés aux critères d'acceptabilité suivant :

- $48,3 / 3 = 16,1$ µg/L pour les colles solvants
- $47,6 / 3 = 15,9$ µg/L pour les colles obtenues par polymérisation.

Note : Lors de l'injection des eaux de migration non chlorées des T3, un incident technique est survenu. Les eaux de migration des collages B, C et D n'ont pu être analysées.

IV.5.1. Colle A (THF > MEC)

Pour l'essai réalisé à l'aide d'eau non chlorée, une seule substance migre. Le spectre de masse de la substance migrante est le même pour les eaux de migration des trois périodes de stagnation.

Une décroissance est observée au cours de l'essai.

Après la 3^{ème} mise en contact avec l'eau d'essai non chlorée, la concentration de la substance migrante est inférieure au critère d'acceptabilité.

Pour l'essai réalisé à l'aide d'eau chlorée, les résultats sont différents. En effet, deux substances sont détectées à chaque période de migration.

Celle détectée à 13,3 min, présente le même spectre de masse que la substance détectée lors de l'essai en eau non-chlorée. Sa concentration croît au cours de l'essai jusqu'à atteindre une concentration de l'ordre du mg/L.

Une seconde substance est détectée après les deux premières périodes de migration, (même temps de rétention : 7,7 min, même spectre de masse), sa concentration augmente après la 2nde mise en contact.

Après la 3^{em}e période de stagnation, une substance est détectée à 7,9 min (concentration 242 µg/L). Son spectre de masse diffère de celle mentionnée ci-dessus.

Compte tenu de ces résultats, le critère d'acceptabilité pour le profil GCMS n'est pas respecté pour la colle A.

IV.5.2. Colle B (THF < MEC)

En eau non chlorée, concernant les deux premières périodes de migration, deux substances sont détectées. La première est détectée à 13,3 min. Le spectre de masse est identique pour les deux périodes et également identique à celui de la substance détectée au même temps de rétention pour la colle A. Une diminution de la concentration de cette substance est constatée au cours de l'essai.

La deuxième substance est détectée à 18,2 min avec un spectre de masse comparable pour les deux périodes. La concentration de cette substance dans l'eau de migration pour les deux périodes peut être considérée comme constante.

Sans résultats sur la troisième migration, aucune comparaison ne peut être faite au critère d'acceptabilité.

En eau chlorée, 4 substances sont détectées. La première apparaissant au début du chromatogramme n'est plus détectée à partir du T2. La seconde substance ($t_r = 13,3$ min) est mesurée à chaque période et ne semble pas décroître, les spectres de masse semblent indiquer qu'il s'agit de la même substance pour T2 et T3.

La troisième, à un $t_r = 18,2$ min ne présente pas de décroissance.

Une 4^{em}e substance est détectée après la troisième mise en contact à un temps de rétention compris entre les 2 précédents.

Compte tenu de ces résultats, le critère d'acceptabilité pour le profil GCMS n'est pas respecté pour la colle B

IV.5.3. Colle C (Acrylate)

Toutes les eaux analysées présentent une saturation du signal entre 17 et 36 min. Ce phénomène, dû à la présence d'une ou plusieurs substances à des quantités de l'ordre du mg/L, rend non pertinente toute tentative de quantification (en effet l'intégration de l'aire du ou des pics n'est pas réalisable).

Un suivi spécifique de 4 composés migrants quantifiables a tout de même pu être effectué (dans les eaux chlorée et non chlorée) dans l'optique de vérifier leur cinétique de relargage au cours des essais (T1, T2, T3 pour les eaux chlorées).

- 7,7 min : une décroissance de la concentration est observée au cours de l'essai
- 14,1 min et 15,9 min : pas de décroissance notable
- 50,1 min : Après une diminution de la concentration au T2, celle-ci augmente dans l'eau prélevée après la troisième période de contact.

Compte tenu de ces résultats, le critère d'acceptabilité pour le profil GCMS n'est pas respecté pour la colle C.

Il est à noter que les substances mises en évidence sont majoritairement des bases acrylates.

IV.5.4. Colle D (Silicone)

Aucune substance n'a été détectée à plus de 2µg/L dans l'ensemble des eaux de migration prélevées.

Le critère d'acceptabilité pour le profil GCMS est respecté pour la colle D.

V. CONCLUSION

La mise en œuvre des essais de migration selon les lignes directrices et la norme 12873-2 nécessite un entraînement à l'application, dont les contraintes sont spécifiques à chaque type de produit. De plus, un système d'obturation des montages devrait être détaillé dans l'un de ces documents.

Au vu des résultats obtenus, aucune des colles testées ne satisfait à l'ensemble des exigences mentionnées dans les lignes directrices.

Cependant la colle à base de silicone (colle D) est la seule à ne présenter qu'un paramètre non conforme. Il s'agit de plus d'un paramètre sensoriel (odeur et flaveur), non corrélé aux recherches de micropolluants qui n'ont pas permis de mettre en évidence la migration d'un ou de plusieurs composés.

Pour les colles PVC et la colle acrylate, les substances détectées notamment lors du screening GC-MS mettent en évidence des relargages de composés pouvant être des constituants de la colle ou des sous-produits de réaction.

Annexe 4 : Comparaison des essais de migration réalisés par différents pays sur les adhésifs

Tableau 2 : Essais de migration réalisés sur les adhésifs par différents pays

| Pays | Référentiel | Nature des échantillons | Protocole de mise en eau (Séquences) | Analyses | Paramètres analysés | Critères | Autre |
|-----------|-----------------------------------|--|---|---|------------------------------------|---|--|
| Allemagne | DIN EN 12873 – 2 DIN EN 1420-1 | <p><u>S/V:</u> - 0,2 – 5 dm⁻¹ (EN 1420-1) - 5 dm⁻¹ (EN 12873-1&2) Séchage selon les recommandations du fabricant <u>Eau d'essai</u> : eau non chlorée <u>Duplicata</u></p> | <p>3 x 72 h à (23 ± 2) °C (κ) 3 x 24 h puis 1 x 72 h puis 3 x 24 h à (60 ± 2) °C et/ou (85 ± 2) °C (κκ)</p> | <p>Eaux de migration issues de chacune des 3 périodes stagnations (κ) Eaux de migration issues de la 1^{ère}, 6^{ème} et 7^{ème} période de stagnation (κκ)</p> | COT | <p>≤ 0,5 mg/L sur la 3^{ème} eau d'essai à (23 ± 2) °C (κ) sur la 7^{ème} eau d'essai à (60 ± 2) °C et/ou (85 ± 2) °C (κκ)</p> | Pas de tendance croissante dans les résultats d'analyses des 3 eaux de migration sinon prolongation de l'essai |
| | | | | | Odeur et flaveur | <p>< 2 sur la 3^{ème} eau d'essai (κ) < 4 sur la 7^{ème} eau d'essai (κκ)</p> | |
| | | | | | Couleur, turbidité et mousse | <p>Pas d'anomalie (Observation visuelle)</p> | |
| | | | | | Substances spécifiques | <p>< DWPLL⁴⁰_{substance} sur la 3^{ème} eau d'essai à (23 ± 2) °C (κ) sur la 7^{ème} eau d'essai à (60 ± 2) °C et/ou (85 ± 2) °C (κκ)</p> | |
| | | | | | EMG ⁴¹ (Biofilm volume) | <p>cf. chapitre 10.2 de la norme DVGW W270.</p> | |

⁴⁰ Drinking water positive list limit.

⁴¹ Enhancement of microbial growth (Aptitude à promouvoir la croissance microbienne).

| | | | | | | | |
|-------------|-----------------------|---|---|---|--|---|--|
| Royaume Uni | BS 6920 EN 12873-2 | <u>S/V</u> : >1,5 dm ⁻¹ Séchage selon les recommandations du fabricant <u>Eau d'essai</u> : - eau du robinet sans chlore - eau du robinet chlorée (1 mg/L) <u>Échantillons</u> : 1 par type d'eau d'essai | <u>WRAS</u> : 3 x 24 h puis 1 x 72 h and 3 x 24 h à (23 ± 2) °C (BS6920 section 2) | <u>WRAS</u> : Eaux de migration issues de la 1 ^{ère} et 7 ^{ème} stagnation | Odeur/saveur Prolifération microbienne ⁴² Couleur Turbidité métaux Substances cytotoxiques | Pas d'odeur et de saveur détectée < 2,4 mg/L < 5 unités Hazen < 0,5 FTU < limites de qualité EDCH Non cytotoxiques | |
| | | | <u>Règlement 31 (DWI)</u> : 3 x 72 h (23 ± 2) °C (EN 12873) | <u>Règlement 31 (DWI)</u> : Eaux de migration issues des 3 stagnations ⁴³ | Odeur / saveur Prolifération microbienne (MDOD ⁴⁴) | Pas d'odeur et de saveur détectée < 2,4 mg/L | |
| États Unis | NSF 61 | S/V : 15 cm ² /L Séchage selon les recommandations du fabricant ou à défaut pendant 48 heures | 3 x 24 h à (23 ± 2) °C 3 x 1 h à 82 °C | Eaux issues de la 3 ^{ème} stagnation | Formulation dépendant : - Solvants - HAP - Profil GC-MS - etc. | < 10 % des exigences de qualité de l'eau fixées dans la réglementation | |

⁴² Basée sur la détermination de la consommation d'oxygène dissous.

⁴³ Évaluation réduite pour les adhésifs.

⁴⁴ Mean dissolved oxygen difference.

Annexe 5 : Adhésifs utilisés dans les systèmes de production, de distribution et de conditionnement d'eaux destinées à la consommation humaine

✕ Les adhésifs à base de solvants

Ils permettent de coller et d'étanchéifier les emboîtements cylindriques mâles et femelles des tubes et des raccords en PVC exclusivement utilisés pour la distribution d'eau froide et en PVC-C utilisé pour la distribution d'eau froide ou chaude sanitaire. Ils résistent à la pression.

Produits à base de solvants (70 à 80 %), d'additifs (0 à 5 %) et de PVC (15 à 25 %), les solvants dissolvent partiellement les parties à assembler et le PVC comble les jeux créés. L'épaisseur de joint est en général d'environ 200 µm.

Les principaux solvants utilisés sont : la cyclohexanone (n° CAS : 108-94-1), le tétrahydrofurane appelé plus simplement THF (n° CAS : 109-99-9) et les méthyl cétones comme la méthyl éthyl cétone appelée plus simplement MEC (n° CAS : 78-93-3). Le THF et la MEC sont inscrits sur les listes positives de référence mais pas la cyclohexanone.

Les solvants, lors de l'application et du séchage, s'évaporent et s'adsorbent le long de la surface interne des tubes puis diffusent au sein de la masse de PVC (ou PVC-C) et, par la suite, ils peuvent être relargués à partir d'une surface en contact avec l'eau qui sera alors supérieure à celle du point initial de collage.

✕✕ Les adhésifs obtenus par polymérisation

Durcissant par réaction chimique, ils sont utilisés pour assurer l'étanchéité entre deux raccords filetés ou le frein d'éléments filetés (boulon, goujon, écrou, *etc.*). Ils servent entre autres à l'étanchéité d'éléments métalliques mais peuvent coller d'autres types de matériaux comme les plastiques, le verre, la céramique, les élastomères, *etc.*

Il existe plusieurs types de produits en fonction de la nature chimique du (ou des) monomère(s) ou prépolymère(s) de départ et de leurs modes de polymérisation. Cette dernière peut être initiée par :

- une réaction anaérobie : dans ce cas, la polymérisation est activée quand le produit est placé dans un assemblage isolé de l'oxygène de l'air et se déroule après la consommation de l'oxygène de l'air (réaction anaérobie) et en présence de métaux qui catalysent la réaction,
- les rayonnements ultra-violets (UV),
- la chaleur,
- l'humidité ambiante.

En outre, ces produits contiennent en général un activateur et des catalyseurs de polymérisation.

Les acrylates et cyanoacrylates

Ce sont des produits mono-composant, sans solvants. Les cyanoacrylates durcissent en quelques secondes pour former un polymère thermoplastique.

Les silicones

Ce sont des produits mono-composant contenant du polyméthylsiloxane dilué dans des silanes. La polymérisation se déroule rapidement et aboutit à un gainage du raccord. Le joint formé reste souple mais la cohésion du silicone permet des étanchéités de 10 à 20 bars.

Les époxydiques

Ce sont des adhésifs généralement bi-composants utilisés lorsque les jeux entre les pièces sont importants. Le collage est structurant et, en général, plus dur que le matériau à coller lui-même. La polymérisation se déroule rapidement lorsque les deux composants (bases et durcisseurs) sont mélangés.

Les polyuréthanes

Les pré-polymères résultent de la condensation entre un monomère d'isocyanate et un monomère d'hydroxyde ou de polyol. Ils se présentent sous la forme de bi-composants (pré-polymères et activateurs) mais l'évolution technologique tend à favoriser le développement des adhésifs polyuréthanes mono-composants en raison de leur facilité de mise en œuvre. Le collage est structurant et, en général, plus dur que le matériau à coller lui-même. La polymérisation est en général rapide.

Annexe 6 : Listes positives de référence

Les substances doivent être inscrites sur les listes suivantes :

- Règlement (UE) n°10/2011 de la commission du 14 janvier 2011 concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires.
- Résolution du Conseil de l'Europe AP (92) 2 sur les auxiliaires de polymérisation qui introduisent et influencent directement la formation des polymères, sous réserve que les quantités maximales de départ utilisées demeurent inférieure à 1 % en masse.
- Circulaire n°176 consolidée du 2 décembre 1959 modifiée relative aux pigments et colorants des matières plastiques et emballages, sous réserve qu'elles respectent les critères de pureté mentionnés dans le projet d'arrêté notifié à la Commission européenne sous la référence 2004/328/F ⁴⁵.
- Les listes positives autorisées en France dont les substances sont compilées dans le document « 4MS Combined Positive List » ⁴⁶.

⁴⁵ Projet d'arrêté relatif à la coloration des matériaux et objets en matière plastique, des vernis et des revêtements destinés à entrer en contact avec les denrées, produits et boissons pour l'alimentation de l'homme et des animaux notifié à la Commission européenne sous la référence 2004/328/F : http://ec.europa.eu/enterprise/tris/index_fr.htm

⁴⁶ www.umweltbundesamt.de/wasser-e/themen/downloads/trinkwasser/4ms_combined_positive_list.pdf.

Substances signalées par un (Fr) dans la colonne "Authorized".

Annexe 7 : Calcul pour déterminer le facteur de conversion (FC)

Le rapport surface/volume et les temps de stagnation utilisés pour les essais de migration selon la norme NF EN 12873-2 ne sont pas représentatifs de la réalité d'un réseau de distribution d'eau. Des facteurs de conversion (FC) sont utilisés pour déterminer l'impact réel des matériaux sur la qualité de l'EDCH au regard des concentrations trouvées dans les essais migrations (4MS, 2011).

Les FC sont établis selon l'hypothèse suivante :

$$FC = F_g \times F_o \text{ [j/dm]}$$

où :

- F_g est le rapport S/V représentatif de la réalité (dimension : dm^{-1}),
- F_o est le temps de résidence présumé de l'eau dans le réseau (dimension : jour).

Les FC proposés dans les LD de 2010 (cas extrême) ont été révisés afin d'être plus représentatifs de la réalité.

Il est considéré pour ces calculs que :

- l'assemblage par collage se fait principalement dans les réseaux intérieurs de bâtiments collectifs et donc que le F_o est de 0,5 jour ;
- les diamètres de tuyaux sont d'au moins 20 mm (les tuyaux de diamètre externe 20 mm représentent 90 % des applications) ;
- il y a deux points de collage en moyenne sur un mètre linéaire de canalisation.

Pour l'estimation du rapport S/V représentatif, la partie du collage en contact avec l'EDCH correspondrait à un bourrelet pouvant être assimilé par hypothèse à un demi-cylindre de rayon égal à 0,5 mm et de longueur égale au périmètre (P) du tube collé.

Les mêmes hypothèses sont considérées pour les adhésifs à base de solvants et ceux obtenus par polymérisation.

Ainsi, pour un mètre linéaire de canalisation comportant deux collages, le rapport S/V peut être déterminé de la manière suivante :

Tableau 3 : Méthode de calcul du rapport surface / volume

| | Unités | Formules |
|--|--------------------------|---|
| Surface de 2 bourrelets de colle de rayon r d'un tuyau de diamètre interne D (dm) en contact avec l'EDCH | S (dm^2) | $2 \cdot (\pi \cdot r) \cdot (\pi \cdot D)$ |
| Volume d'un tuyau de diamètre interne D (dm) | V (dm^3) | $10 \cdot \pi \cdot \frac{D^2}{4}$ |
| Rapport surface / volume | S/V (dm^{-1}) | $\frac{8 \cdot r \cdot \pi}{10 \cdot D}$ |
| Facteur de conversion | FC (j/dm) | $0,5 \cdot \frac{S}{V}$ |

Ainsi, pour un tuyau en PVC-C de DN20 (diamètre interne de 15,4 mm), le facteur de conversion est de **0,04**.

Dans la mesure où ces mêmes hypothèses (1 bourrelet de colle est ½ cylindre de 0,5 mm de rayon) sont utilisées pour calculer la surface de colle au contact de l'eau lors de la réalisation de l'essai (cf. paragraphe 4.2.2), elles n'ont aucun impact sur le résultat final du calcul de la concentration d'une substance au robinet du consommateur à partir de la concentration mesurée dans l'eau de migration.

En effet, la concentration au robinet (C_{robinet}) est calculée à partir de la concentration mesurée dans l'eau de migration (C_e) de la façon suivante :

$$C_{\text{robinet}} (\mu\text{g/L}) = M (\mu\text{g/dm}^2/\text{jour}) \cdot FC (\text{jour/dm})$$

Avec :

- $M = \frac{C_e}{\left(\frac{S}{V}\right)_e \cdot T_e}$ (l'indice 'e' fait référence aux conditions de l'essai de migration)
- $FC = \left(\frac{S}{V}\right)_r \cdot T_r$ (l'indice 'r' fait référence aux conditions représentatives de la réalité)
- $\frac{S}{V} = \frac{4 \cdot N \cdot r \cdot \pi}{10 \cdot D}$

Et donc :

$$C_{\text{robinet}} = C_e \cdot \frac{D_e}{D_r} \cdot \frac{T_r}{T_e} \cdot \frac{N_r}{N_e} \cdot \frac{r_r}{r_e} = C_e \cdot \frac{D_e}{D_r} \cdot \frac{T_r}{T_e} \cdot \frac{N_r}{N_e} \quad \text{si } r_r = r_e$$

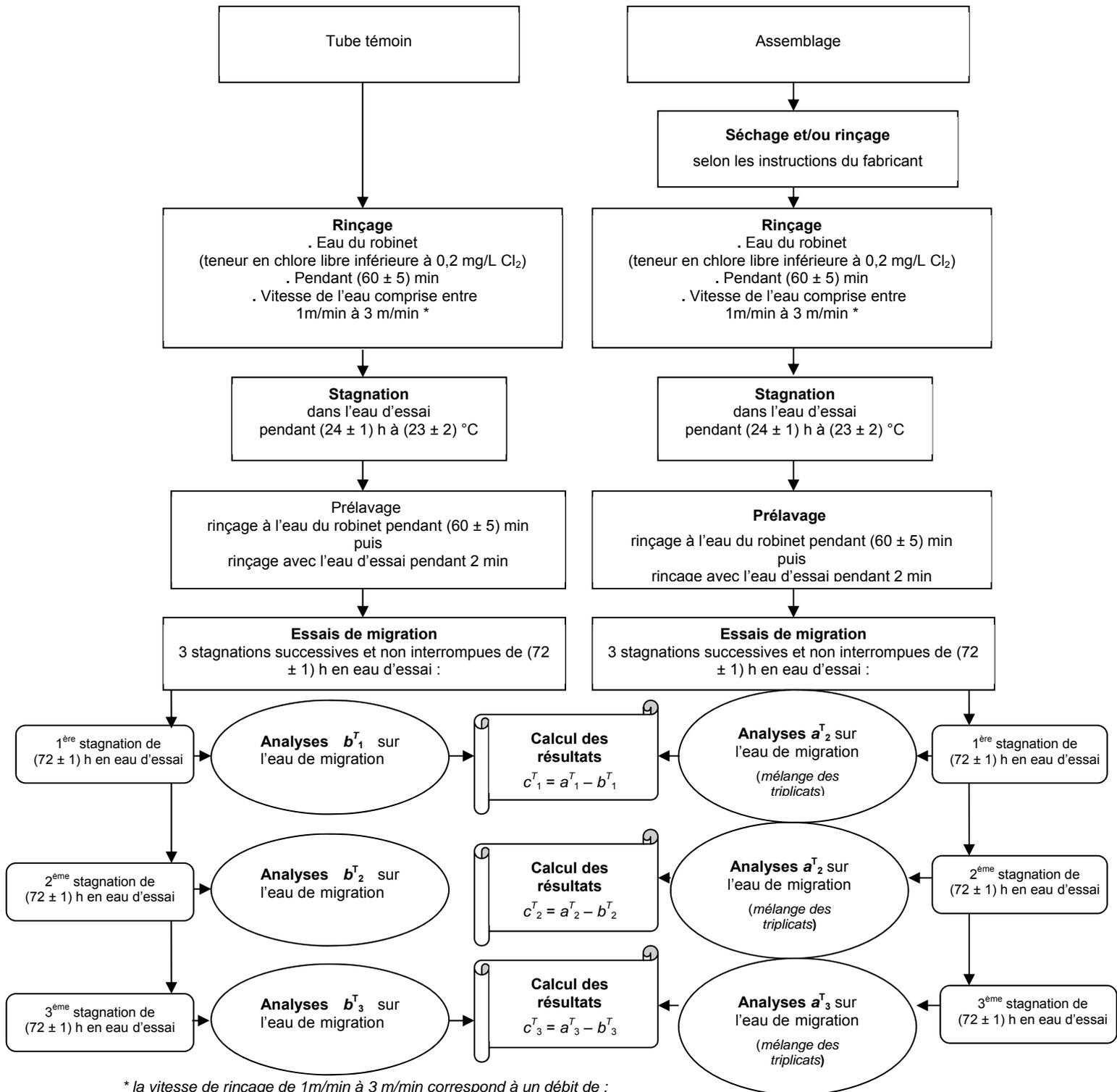
Où : M, FC, S/V, D, T, N et r sont respectivement le taux de migration, le facteur de conversion, le rapport surface d'adhésif exposé rapporté au volume d'eau, le diamètre interne du tube, le temps de contact, le nombre de collage et le rayon du bourrelet de colle.

Annexe 8 : Logigramme du mode opératoire des essais de migration

TÉMOIN (b)

ESSAI (a)

en triplicat au même instant « t »



* la vitesse de rinçage de 1m/min à 3 m/min correspond à un débit de :
 - 0,58 à 1,75 L/min pour les tubes en PVC (ou PVC-C),
 - 0,39 à 1,17 L/min pour les tubes en acier inoxydable.

Essai à réaliser à 23 ± 2 °C avec de l'eau d'essai non chlorée d'une part et avec de l'eau d'essai chlorée d'autre part.



Agence nationale de sécurité sanitaire
de l'alimentation, de l'environnement et du travail

14 rue Pierre et Marie Curie
94701 Maisons-Alfort Cedex
www.anses.fr

www.anses.fr / [@Anses_fr](https://twitter.com/Anses_fr)