
Lignes directrices pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine (EDCH)

Précisions pour l'examen de la formulation des résines échangeuses d'ions (REI)

**Autosaisine 2015-SA-0183
Saisines liées 2006-SA-0286 et 2006-SA-0350.**

RAPPORT d'appui scientifique et technique

**Comité d'experts spécialisé « Eaux »
Groupe de travail « Matériaux au contact de l'eau 2 »**

Mars 2016

Mots clés

Eau destinée à la consommation humaine, résines échangeuses d'ions, procédé de traitement, formulation chimique, innocuité, matériau au contact de l'eau.

Rapport : Mars 2016 • version : version finale

Modèle ANSES/PR1/9/04-04 [version a]

Présentation des intervenants

PREAMBULE : 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.

GRUPE 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. Xavier COLIN – Professeur des universités – Arts et Métiers Paris Tech – Polymères et matériaux composites, Vieillissement, Modélisation, Matériaux au contact des aliments.

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.

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.

M. Pierre LEROY – Retraité – Corrosion et entartrage des réseaux, Équilibre calco-carbonique.

Mme Clémence TAFFOREAU – Chef de service / ingénieur chimiste – Eurofins Expertises Environnementales - Essais de migration, listes positives, formulations, normes et réglementations communautaires.

RAPPORTEURS

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.

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 (filières 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 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.

COMITE D'EXPERTS SPECIALISE

Les travaux, objets du présent rapport ont été suivis et adoptés par le CES « Eaux » le 2 février 2016.

Président

M. Yves LÉVI – Professeur des universités – Université Paris Sud – UMR 8079 CNRS, AgroParisTech, 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 – Professeur honoraire – EHESP, Rennes – Hydrogéologie et ressources en eau (périmètres de protection des captages et expérience terrain).

Mme Catherine CHUBILLEAU – Praticien hospitalier / Docteur en pharmacie, Docteur en 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 (génotoxicité 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 scientifique

Mme Juliette HOSPITALIER – Unité d'évaluation des risques liés à l'eau – Anses

Contribution scientifique

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

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

Secrétariat administratif

Mme Virginie SADE – Anses

SOMMAIRE

Présentation des intervenants	3
Sigles et abréviations	7
Liste des figures	7
Contexte, objet et modalités de traitement de l'autosaisine.....	8
1 Question 1 : mode de déclaration de la formulation.....	10
2 Question 2 : Utilisation des listes positives	11
3 Question 3 : Vérification des LMS _{eau}	13
3.1 Vérification par le calcul	13
3.2 Vérification de l'absence des composants dans les eaux d'élution issues des essais de migration	14
4 Question 4 : Composants de masse inférieure à 0,1 % de la masse de résine commercialisée.....	17
5 Question 5 : Résine représentative d'une famille.....	19
6 Question 6 : Renouvellement d'agrément.....	20
7 Question 7 : Autres précisions concernant les LD.....	21
8 Revue des recommandations des LD de 2009	26
9 Conclusions et recommandations.....	27
ANNEXE.....	32
Annexe 1 : Autosaisine	33

Sigles et abréviations

CES : Comité d'experts spécialisé

CMR : Cancérogène, mutagène et reprotoxique

CSP : Code de la santé publique

EDCH : Eau destinée à la consommation humaine

CG/SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

GT : Groupe de travail

CL/SM : Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse

LD : Lignes directrices

LH : Laboratoire habilité par le ministère en charge de la santé pour le contrôle des matériaux au contact de l'eau

LMS ou LMS_{aliment} : Limite de Migration Spécifique indiquée dans l'aliment ou le simulant alimentaire

LMS_{eau} : Limite de Migration Spécifique adaptée à l'eau correspondant à : $LMS_{aliment}/20$

LP : Listes positives : textes réglementaires indiquant des listes de substances autorisées pour certains usages et les spécifications assorties

LQ : Limite de quantification pour une méthode d'analyse

MCDA : Matériaux au contact des aliments

MCDE : Matériaux au contact de l'eau

ND : Non décelable

QM : Quantité maximum autorisée du composant résiduel dans le matériau

REI : Résine échangeuse d'ions

Liste des figures

Figure 1 : Exigences minimales en terme de LD et LQ pour les dosages des composants dans les eaux d'élution	15
Figure 2 : Déroulement de l'examen de la composition d'une résine échangeuse d'ions	28

Contexte, objet et modalités de traitement de l'autosaisine

Les résines échangeuses d'ions (REI) sont utilisées pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine (EDCH) depuis les années 1980. Leur mise sur le marché ne fait pas l'objet d'une réglementation européenne harmonisée mais est soumise à des exigences réglementaires nationales au niveau de plusieurs états membres. Des procédures allégées doivent être mises en place dans le cas de demande de reconnaissance mutuelle.

Les exigences pour la mise sur le marché français relèvent du code de la santé publique (CSP). L'article R.1321-50-I du CSP précise que : « *les produits et procédés mis sur le marché et destinés au traitement de l'eau destinée à la consommation humaine doivent, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, être conformes à des dispositions spécifiques définies par arrêté du ministre chargé de la santé visant à ce que :*

- *ils ne soient pas susceptibles, intrinsèquement ou par l'intermédiaire de leurs résidus, de présenter directement ou indirectement 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 ;*
- *ils soient suffisamment efficaces.*

Ces dispositions s'appliquent en tout ou partie, selon les groupes de produits et procédés de traitement et en fonction de leurs usages [...] ».

Dans l'attente de la publication des arrêtés cités à l'article R. 1321-50-I du CSP, l'Anses évalue l'innocuité des REI à la demande de la DGS en conformité avec l'article R. 1321-50-IV du CSP.

Pour évaluer les dossiers l'Anses se conforme aux dispositions définies dans l'arrêté du 29 mai 1997 modifié¹ et dans ses circulaires d'application². Les dispositions spécifiques applicables aux résines échangeuses d'ions définies dans les circulaires des 23 juillet 1985³ et 27 mai 1987⁴ ne sont plus utilisées et à la demande de la DGS, l'Agence a publié en décembre 2009 des lignes directrices (LD) pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement d'EDCH⁵. Les dossiers examinés comportent une partie descriptive rédigée par le pétitionnaire (caractéristiques de la résine, utilisation,...), un examen de la conformité, portant d'une part sur la formulation chimique et, d'autre part, sur les résultats des essais de migration, réalisés par un des deux laboratoires habilités⁶ à cet effet par le ministère en charge de la santé (LH).

Lors de l'élaboration des LD par le GT Résines, les travaux avaient porté essentiellement sur l'application de la norme européenne NF EN 12873-3⁷ pour la réalisation des essais de migration

¹ Arrêté du 29 mai 1997 relatif aux matériaux et objets utilisés dans les installations fixes de production, de traitement et de distribution d'EDCH modifié par les arrêtés du 24 juin 1998, 13 janvier 2000, 22 août 2002 et 16 septembre 2004 (publiés respectivement au Journal Officiel des 1er juin 1997, 25 août 1998, 21 janvier 2000, 3 septembre 2002 et du 23 octobre 2004).

² Circulaires DGS/VS4 du 7 mai 1990 et DGS/VS4 n° 2000-166 du 28 mars 2000 relatives aux produits et procédés de traitement d'EDCH.

³ Circulaire DGS/PGE/1.D. n° 1135 du 23 juillet 1985 relative à l'emploi de résines échangeuses d'anions pour le traitement des EDCH

⁴ Circulaire du 27 mai 1987 relative à l'emploi des résines échangeuses de cations pour le traitement des EDCH.

⁵ Afssa - Lignes directrices pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement d'EDCH- décembre 2009 – saisines 2006-SA-0286 et 2006-SA-0350 - www.anses.fr/sites/default/files/documents/EAUX-Ra-Resines.pdf

⁶ Arrêté du 18 août 2009 modifié relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R.*1321-52 du CSP.

⁷ Norme AFNOR NF EN 12873-3 : Influence sur l'eau des matériaux destinés à entrer en contact avec l'EDCH - Influence de la migration - Partie 3 : Méthode d'essai des résines adsorbantes et échangeuses d'ions.

et la définition de nouveaux critères d'acceptabilité associés aux résultats de ces essais. Quelques ajustements avaient également été apportés à l'examen de la formulation avec notamment l'introduction d'une tolérance maximale de 1 % en masse sèche de résine (produit fini) de composants non inscrits dans les listes positives (LP) sous certaines conditions. De plus, si le composant non inscrit sur les LP énumérées dans les LD était présent à moins de 0,1 % en masse sèche de résine, il était autorisé dans la formulation de la résine sans conditions.

À ce jour, aucun arrêté n'impose l'utilisation des LD mais, suite aux attentes du comité d'experts spécialisé (CES) « Eaux » de l'Anses et des pétitionnaires qui souhaitent disposer de dossiers examinés suivant les LD de 2009, la DGS a adressé un courrier le 5 juillet 2012 aux LH leur demandant de mettre en application les recommandations des LD de l'Anses.

Par ailleurs, ces dossiers relèvent depuis 2014 du nouveau régime juridique « silence de l'Administration vaut acceptation »⁸ qui implique des délais contraints pour la réalisation de l'expertise.

Lors de l'évaluation d'une série de dossiers de demande d'agrément en 2014 et 2015, le CES Eaux a relevé des difficultés d'interprétation selon les LH, notamment dans la manière de réaliser l'examen de la formulation des REI.

Lors de la réunion du groupe de travail « Matériaux au contact de l'eau » (GT MCDE) du 6 mars 2015 à laquelle des experts du GT « Résines » ont été conviés, les experts se sont accordés sur les modalités d'évaluation des dossiers en cours et ont demandé que des précisions soient apportées aux LD sur certains points afin d'uniformiser les dossiers d'expertise et les pratiques des LH.

L'expertise réalisée dans le présent document vise à répondre à sept questions afin d'apporter des précisions concernant les conditions d'examen de la formulation des REI réalisé par les LH. Elle permettra, entre autres, de clarifier sur cet aspect les LD pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement de l'EDCH rédigées en 2009 par l'Agence afin d'éviter les divergences d'interprétation.

Pour ce faire, un groupe de rapporteurs attachés au CES « Eaux » a préparé un document qui a été soumis à discussions au sein du GT « MCDE 2 » les 16 octobre et 7 décembre 2015 puis présenté et validé par le CES « Eaux » respectivement les 5 janvier et 2 février 2016.

⁸ Décret n° 2014-1287 du 23 octobre 2014 relatif aux exceptions à l'application du délai de deux mois de naissance des décisions implicites d'acceptation sur le fondement du II de l'article 21 de la loi n° 2000-321 du 12 avril 2000 relative aux droits des citoyens dans leurs relations avec les administrations (ministère des affaires sociales, de la santé et des droits des femmes)

1 Question 1 : mode de déclaration de la formulation

Dans les dossiers de demande d'agrément les compositions sont présentées en indiquant le pourcentage de chaque composant introduit dans la formulation du produit fini. Les LD actuelles demandent le pourcentage par rapport à la « masse sèche de la résine (produit fini) ». Lors de la réunion du 6 mars 2015, les experts se sont accordés pour demander les masses de chaque composant utilisé pour fabriquer 100 g du produit fini. Après un retour d'expérience lié à l'examen de plusieurs dossiers, ce mode de déclaration est-il valide et faut-il compléter les LD en conséquence ?

La fabrication d'une résine se fait en plusieurs étapes et les composants utilisés n'ont pas tous le même rôle. Il convient de différencier ceux de la synthèse (polymérisation) et ceux de la fonctionnalisation, solvants et autres produits de rinçage, dont l'eau. Tous, en quantités très différentes selon leurs rôles, peuvent être trouvés dans la résine, produit final commercialisé.

Par analogie avec l'approche concernant les MCDE la formulation d'une résine est déclarée en % massique de la totalité des constituants entrant dans la formulation et repose actuellement sur une référence de quantité de produit, ce produit étant la masse sèche du produit fini. Toutefois, de l'avis unanime des experts, cette caractéristique est difficilement déterminable de façon rigoureuse. De plus, l'obtention des constituants à analyser serait obtenue par extraction et analyse consécutive, autant d'étapes qui sont source d'erreurs. Ces dispositions ont généré des interrogations à la lecture des présentations de composition des REI réalisées par les laboratoires habilités, et ont conduit les experts à proposer une déclaration de la formulation constituée des masses de tous les composants utilisés pour la fabrication de 100 g de produit fini.

Il est alors nécessaire de définir la **nature du produit fini : il s'agit de la résine sous sa forme commercialisée, y compris avec le degré d'hydratation proposé par le fabricant**. Dans ce contexte, toute notion de « quantité de masse sèche » doit être retirée des LD. Les différentes étapes d'analyses suggérées par les LD (formulation, migration) conduiront alors à l'expression des résultats en grammes pour fabriquer 100 grammes de produit fini.

Au final, ce protocole de déclaration de la formulation : masses de composants rapportées à une masse de résine, va surestimer les quantités potentiellement présentes, voire ne pas prendre en compte la disparition de certains d'entre eux lors du processus de fabrication, et placer ainsi l'évaluation dans le cas le plus défavorable.

2 Question 2 : Utilisation des listes positives

Quelles précisions doivent-êtré apportées sur les LP et quelle approche doit-êtré adoptée lorsqu'un composant apparait dans plusieurs d'entre elles avec des spécifications différentes ? Comment prendre en compte certaines spécifications existantes dans les LP MCDA (matériaux au contact des aliments) (limites de migration spécifiques (LMS) indiquées non détectables, polymères dont la masse moléculaire est inférieure à 1000 Daltons,...) ?

Les listes positives de référence pour la vérification de la conformité de la formulation d'une résine sont les suivantes :

- 1- La **Résolution AP (2004) 3⁹** du Conseil de l'Europe concernant les résines échangeuses d'ions. Dernière mise à jour : janvier 2009. Uniquement pour la liste 1. Cette liste « MCDA » est spécifique aux REI.
Toutes les substances qui y figurent, pour la liste 1, sont *a priori* dans le règlement UE 10/2011 cité ci-dessous avec les mêmes LMS ou quantités maximales de composant résiduel dans la résine (QM). La liste 2 correspond à celles pour lesquelles les restrictions sont à fixer. Il convient de rechercher en priorité si les composants déclarés dans la formulation figurent dans cette liste avant de chercher dans les autres textes. Il est envisageable que certaines substances soient appelées à passer de la liste 2 à la liste 1. Il serait logique que la majorité de celles composant des REI figurent dans cette liste.
La présence d'un composant dans la liste 2 (« restriction à fixer ») ne permet pas de déclarer la formulation conforme mais, dans le cas où un composant figure uniquement sur cette liste 2, et qu'il ne figure dans aucune des listes citées ci-dessous, les essais de migration peuvent être réalisés en assurant un suivi analytique de ce composant dans les eaux d'élution.
- 2- Le **Règlement (UE) n°10/2011¹⁰** de la commission du 14 janvier 2011 concernant les matériaux et objets en matières plastiques destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires ; bien qu'il soit précisé en (7) du règlement qu'il ne s'applique pas aux REI.
- 3- La liste des États membres dits « 4 MS » : « **4MS Combined Positive List** »¹¹, uniquement pour les substances utilisées autorisées en France. Cette liste n'a pas de statut officiel et est censée évoluer à court ou moyen terme. Son avantage est d'ordre pratique puisqu'elle groupe toutes les substances qui ont été autorisées en France et figurent dans diverses listes. Si cette liste dite « des 4 MS » n'était pas citée, il faudrait alors reprendre tous les textes dans lesquels le produit peut être cité.
- 4- La **Résolution AP (92) 2¹²** du Conseil de l'Europe sur les auxiliaires de polymérisation qui introduisent et influencent directement la formation des polymères, sous réserve que les quantités maximales initialement utilisées dans la fabrication demeurent inférieures à 1 g pour 100 g de résine fabriquée.

⁹ http://www.foodcontactmaterials.com/coe/Resolution%20AP%20_2004_%203%20on%20ion%20exchange%20resins.pdf

¹⁰ <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/TXT/?qid=1442305652196&uri=CELEX:32011R0010>

¹¹ https://www.umweltbundesamt.de/sites/default/files/medien/419/dokumente/4ms_combined_positive_list_0.pdf

¹² http://www.contactalimentaire.com/fileadmin/ImageFichier_Archive/contact_alimentaire/Fichiers_Documents/Resolutions/resolution_92-2.pdf

Ces listes devront être utilisées dans l'ordre dans lequel elles sont citées ci-dessus et le laboratoire indiquera la première liste dans laquelle il trouve le composant et la restriction (LMS / QM) associée.

Les rapporteurs proposent de ne plus utiliser les listes suivantes :

- 1- **L'annexe IV de l'arrêté du 29 mai 1997**. Bien que ce texte soit cité dans la réglementation, toutes les substances qui y figurent sont sur une des listes précédentes.
- 2- La **Circulaire n°176 consolidée du 2 décembre 1959 modifiée** relative aux pigments et colorants des matières plastiques et emballages, était également mentionnée (et l'est toujours pour les matériaux plastiques), sous réserve qu'ils respectent les critères de pureté mentionnés dans le projet d'arrêté notifié à la Commission européenne sous la référence 2004/328/F. Cependant, cette circulaire est très ancienne et l'ajout des pigments et/ou colorants dans une REI n'est pas une nécessité. De plus, si un intérêt commercial à ajouter ces composants émergeait, il existe des pigments et des colorants qui figurent dans les listes retenues.

Outre les listes positives citées ci-dessus, dans les dossiers examinés par le CES « Eaux », des questions relatives aux substances cancérigènes, mutagènes et reprotoxiques (CMR), à la réglementation REACH ou encore aux additifs alimentaires ont émergé. Ces points sont abordés dans le paragraphe traitant de la question 7.

3 Question 3 : Vérification des LMS_{eau}

Dans les dossiers d'autorisation, la vérification des restrictions et spécifications (LMS adaptées à l'eau notamment) pour les composants inscrits dans les listes positives (LP) a posé problème aux LH. Les restrictions et/ou spécifications adaptées à l'eau sont les valeurs alimentaires divisées par 20 et les limites des méthodes analytiques mises en œuvre (limite de détection, limite de quantification) ne permettent pas toujours leur vérification par analyse. Quelles seraient les exigences analytiques à adopter et, le cas échéant, quelle approche par calcul serait acceptable dans le cadre de l'agrément des REI ? Lors de la réunion du GT « MCDE » du 6 mars 2015, les experts se sont accordés sur le mode de calcul suivant : $C_{max} = (Q \times m) / V$ avec Q étant la masse en g de composant utilisé pour fabriquer 100 g de produit commercialisé ; m la masse correspondant à 500 mL de résine commercialisée exprimée en g et V le volume d'eau d'essai, soit 1,5 L. Ce mode de calcul est-il valide et les LD peuvent-elles être complétées en conséquence ?

Les LMS adaptées à l'eau, notées LMS_{eau} , proviennent de la division de la valeur des $LMS_{aliment}$ par 20. Les $LMS_{aliment}$ sont présentées dans les différentes listes positives. Pour les REI, les experts préconisent les listes positives indiquées dans le chapitre précédent.

Depuis le courrier de la DGS en date du 5 juillet 2012 demandant aux LH de mettre en application les recommandations des LD de l'Anses de 2009, si les composants entrant dans la fabrication des REI sont soumis à des LMS_{eau} , celles-ci doivent être vérifiées.

Deux types de vérification sont possibles : Par calcul ou par dosage du composant dans les eaux d'éluion obtenues lors de la mise en œuvre du protocole d'essai par le laboratoire.

3.1 Vérification par le calcul

Une formule de calcul est indiquée dans la circulaire de la DGS en date du 12 avril 1999 relative aux matériaux utilisés dans les installations fixes de distribution d'EDCH (www.sante.gouv.fr/fichiers/bo/1999/99-25/a0251660.htm) :

Si la masse totale du composant contenue dans une fraction de l'épaisseur du matériau (e= « zone d'interaction ») migrait graduellement dans l'eau au cours d'une période de 100 jours, sa concentration dans l'eau serait :

$$C_2 = S/V \times e \times d \times p \times 10^2$$

Avec : C_2 ($\mu\text{g/L}$) : migration maximale possible du composant graduellement dans l'eau après une période de 100 jours ; e (m) : épaisseur d'interaction eau-matériau fixée à 0,1 mm ; d (kg/m^3) : masse volumique du matériau ; S/V (m^{-1}) : rapport de la surface exposée du matériau rapportée au volume d'eau ; p (%) : pourcentage massique du composant dans la formulation du matériau

Cette formule a été adaptée dans certains dossiers en se basant sur l'hypothèse qu'une REI est constituée de billes d'un même rayon moyen. Cependant, de nombreux experts du CES « Eaux » considèrent que cette hypothèse n'est pas acceptable car une REI est constituée de plusieurs classes de particules de granulométrie différente et que la surface spécifique de la REI doit être prise en compte (voir question 5).

Une **autre adaptation de la formule a été proposée dans le cadre du GT « MCDE »** en considérant que l'intégralité de la masse du composant utilisée pour la fabrication de la résine est susceptible de migrer dans l'eau et qu'elle le fait en une seule fois dans les 1,5 L d'eau d'éluion utilisée lors des essais.

Ce calcul est présenté ci-dessous

$$C_{\max} \text{ (g/L)} = (Q \times m) / 100 \times V$$

ou

$$C_{\max} \text{ (}\mu\text{g/L)} = (Q \times m) \cdot 10^4 / V$$

Avec : Q (g) : masse de composant utilisé pour fabriquer 100 g de résine commercialisée ;
m (g) : masse correspondant à 500 mL de résine commercialisée, V (L) : volume d'eau d'essai, soit 1,5 L.

Le laboratoire devra donc systématiquement peser les 500 mL de résine fournie par le pétitionnaire avant de réaliser le calcul de vérification des LMS_{eau}.

Ce calcul est considéré comme « de pire cas » mais permet de vérifier si la LMS_{eau} est respectée. Son application impose que les laboratoires demandent aux pétitionnaires les masses exactes des composants (en g) utilisées pour fabriquer 100 g de produit commercialisé. Ceci ne signifie pas qu'il s'agit de la masse de composant présente dans le produit commercialisé.

Si le calcul ne permet pas de vérifier le respect de la LMS_{eau}, le laboratoire procédera au dosage par la mise en œuvre de la méthode d'analyse permettant de la vérifier.

3.2 Vérification de l'absence des composants dans les eaux d'éluion issues des essais de migration

Les méthodes analytiques mises en œuvre doivent être fiables et présenter une limite de quantification (LQ) permettant de garantir avec certitude l'absence du composant en concentration supérieure à la LMS_{eau}. Lorsque la LQ de la méthode d'analyse n'est pas précisée dans les LP, les laboratoires doivent mettre en œuvre une méthode dont la LQ correspond **au maximum au tiers de la LMS_{eau}**.

Il convient de noter cependant que dans certaines listes positives les LMS_{aliment} données sont indiquées avec la mention « ND », c'est-à-dire « non décelable », ce qui ne permet pas de calculer une LQ. La résolution AP(2004)3 du conseil de l'Europe précitée indique que les LMS mentionnées « ND » doivent être vérifiées avec une méthode dont la limite de détection est égale à 0,02 mg par kg. En divisant cette limite par 20, pour l'adapter à l'eau, la méthode utilisée doit présenter une limite de détection de 1 µg/L. Dans ce cas, le laboratoire doit mettre en œuvre une méthode d'analyse présentant une LQ de 3 µg/L.

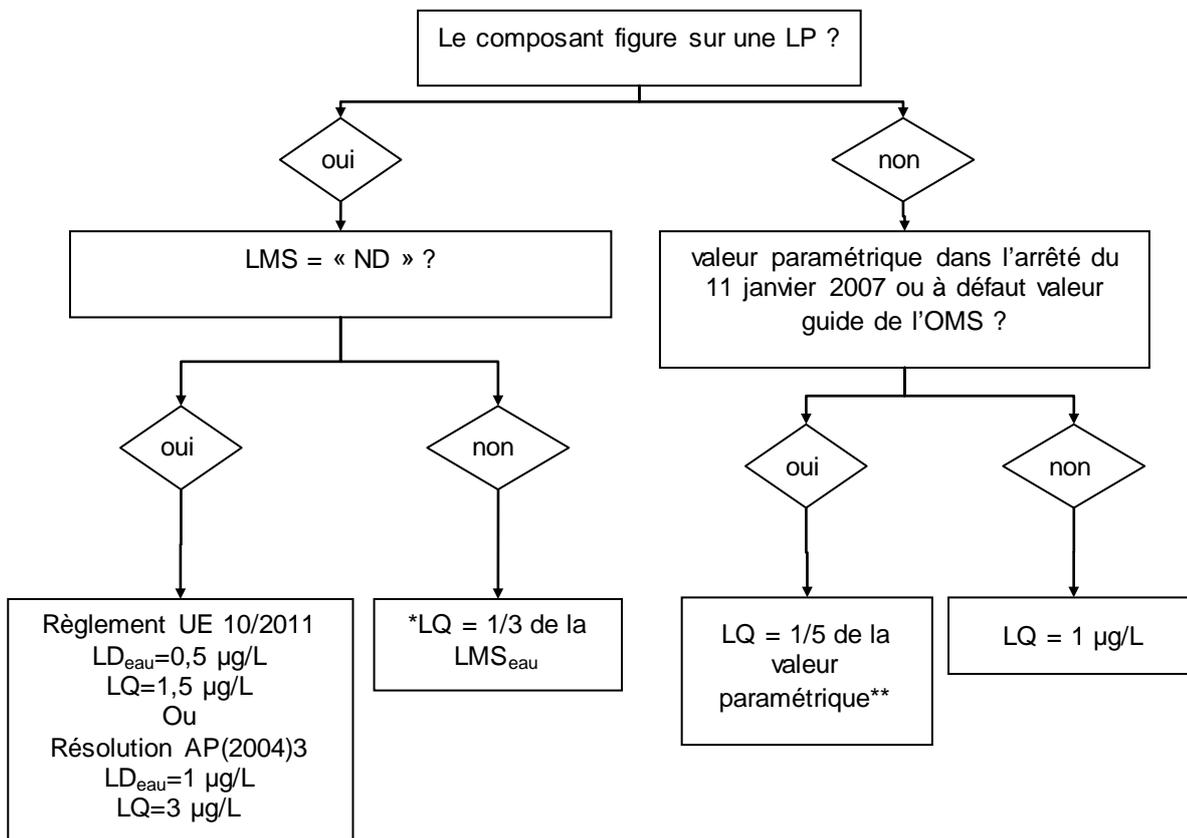
Le règlement UE 10/2011 de la commission européenne précitée, indique que « *la mention ND est indiquée lorsque la substance ne peut pas migrer en quantité décelable* » et « *si la mention ND figure dans la colonne relative à la LMS, une limite de détection de 0,01 mg de substance par kg de denrée alimentaire s'applique, sauf indication contraire pour une substance donnée.* ». Ainsi, en adaptant les valeurs alimentaires à l'eau en les divisant par 20, pour les REI il convient d'analyser les composants dont les LMS_{aliment} figurent avec les mentions « ND » avec une méthode d'analyse dont la limite de détection est de 0,5 µg/L. Dans ce cas, le laboratoire doit mettre en œuvre une méthode d'analyse présentant une LQ de 1,5 µg/L.

Par ailleurs, dans les LD, la limite maximale tolérée par défaut pour un paramètre présent dans les eaux d'éluion mais qui n'a pas de valeur paramétrique dans l'arrêté du 11 Janvier 2007, est 3 µg/L. Elle nécessite de mettre en œuvre une méthode d'analyse présentant une LQ de 1 µg/L (le

tiers de la limite maximale tolérée). Cette limite analytique est également valable pour les composants qui sont présents uniquement dans la liste II de la résolution AP(2004)3 précitée.

Dans le cas d'un laboratoire qui ne dispose pas d'une méthode d'analyse permettant d'atteindre la LQ suffisante, une LQ égale à la LMS_{eau} serait acceptée. Dans tous les cas, si la LQ de la méthode utilisée est supérieure à la LMS_{eau} , l'analyse n'est pas jugée recevable.

Figure 1 : Exigences minimales en terme de LD et LQ pour les dosages des composants dans les eaux d'élution



*si la méthode d'analyse ne permet pas d'obtenir une LQ suffisante, une LQ égale à la LMS_{eau} serait acceptée

**LQ = 1/3 du seuil acceptable dans les eaux d'élution, ce seuil étant fixé à 3/5 de la valeur paramétrique

En résumé, le LH se doit de vérifier les LMS_{eau} :

- quand la LMS_{aliment} est présentée avec une valeur :
 - le laboratoire vérifie par calcul la LMS_{eau} et si le calcul permet de vérifier le respect de la LMS_{eau} , le dosage dans les eaux d'élution n'est pas nécessaire ;
 - si le calcul ne permet pas de vérifier la LMS_{eau} (le calcul étant très conservateur), le laboratoire effectue le dosage du composant dans les eaux d'élution recueillies lors des essais de migration. Cette vérification n'est pas obligatoire pour les produits dont la masse utilisée pour la fabrication de la résine est inférieure à 0,01 g pour 100 g de produit fini (voir question 4).
- si la LMS n'est pas fixée (ex : « ND » dans le règlement Européen ou dans la résolution AP (2004)3) :

- le LH vérifie par calcul que le composant migrera avec une concentration inférieure à 0,5 µg/L (règlement UE 10/2011) ou à 1 µg/L (résolution AP(2004)3). Si le calcul permet de vérifier l'absence de migration à une concentration supérieure à la limite de détection spécifiée, il sera donc non décelable par analyse et son dosage dans les eaux d'élution n'est pas nécessaire ;
- Si le calcul ne permet pas de vérifier que le composant sera non décelable, alors le laboratoire doit vérifier que sa concentration dans les eaux d'élution recueillies lors des essais de migration est inférieure à la limite de quantification de la méthode utilisée. La méthode d'analyse utilisée doit présenter une valeur de la LQ égale au maximum au triple de la limite de détection réglementaire divisée par 20. Par exemple dans le cas d'une $LMS_{\text{aliment}} = \text{« ND »}$ l'absence de composant dans les eaux d'élution se vérifierait avec une méthode analytique dont la LQ serait égale à 3 fois la LD_{eau} (avec $LD_{\text{eau}} = ND_{\text{aliment}}/20$) (Figure 1).

4 Question 4 : Composants de masse inférieure à 0,1 % de la masse de résine commercialisée

Les composants non listés représentant moins de 0,1 % en masse de résine commercialisée (produit fini) peuvent être utilisés sans suivi spécifique et les LP utilisées peuvent être anciennes et ne sont pas spécifiques aux REI. Lorsqu'un composant figure dans une LP et est présent en masse inférieure à 0,1 % de la masse de résine commercialisée, est-il possible de s'affranchir de la vérification des restrictions et spécifications qui lui sont éventuellement associées dans la LP ?

Les résines échangeuses d'ions, à l'inverse des autres matériaux entrant en contact avec l'eau, sont susceptibles d'être en contact sur l'ensemble de leur surface avec l'eau traitée. De plus, il s'agit de matériaux poreux, ce qui implique une surface de contact ne se limitant pas à la surface externe des billes (ou des gels) de résine. Pour les résines échangeuses d'ions, il est donc important de déterminer la capacité de migration de l'ensemble de ses composants à partir de la surface spécifique de ces résines.

Les LD de 2009 indiquent que les composants non inscrits dans les LP peuvent entrer en masse jusqu'à 1 % de la masse sèche de la résine en tant que produit fini et qu'ils doivent faire l'objet d'un dosage dans les eaux d'essai si ils représentent entre 0,1 % et 1 % de la masse sèche de la résine (produit fini). Ainsi, ils peuvent représenter 0,1% de la masse de la résine sans qu'aucun dosage ne soit exigé. Lors de l'examen des dossiers d'agrément il a été constaté que pour les composants listés soumis à une LMS, les analyses étaient réalisées même si ils représentaient moins de 0,1 % de la masse de la résine.

Il est rappelé que ce seuil n'a pas la même valeur que le 0,1 % d'impureté accepté dans les préparations car, dans le cas des résines, il s'agit de substances intentionnellement ajoutés et donc connus.

Face aux évolutions proposées dans le mode de déclaration de la formulation de la résine et pour ne pas pénaliser l'utilisation de composants listés, ces dispositions doivent être revues. En se basant sur le calcul il apparaît que :

- les plus petites LMS_{eau} à vérifier pour les composants listés correspondent à celles indiquées « ND » dans la résolution AP(2004)3 ou dans le règlement européen 10/2011, c'est-à-dire qu'ils ne doivent pas être détectés dans l'eau d'élution avec une méthode d'analyse dont la LD est de 0,5 µg/L ;
- en appliquant le calcul maximaliste adopté par le GT, une masse de 0,1 g d'un composant utilisé pour fabriquer 100 g de résine (équivalent de 0,1 %) correspondrait à une concentration de 0,4 g/L dans les eaux d'élution.

Ces deux valeurs sont extrêmement différentes et l'approche par calcul n'a pas été retenue comme pertinente pour fixer de nouveaux seuils. Pour prendre une décision, les experts ont décidé de s'appuyer sur l'expérience acquise via l'examen des dossiers de demande d'agrément.

Suite à un bilan réalisé sur les dossiers de demande d'agrément expertisés en 2014 et 2015, le seuil de 0,01 g pour fabriquer 100 g de résine est proposé pour déroger au suivi analytique lorsque le résultat du calcul de migration n'est pas satisfaisant.

Cependant, ce seuil ne s'applique pas pour les « LMS=ND » pour lesquelles l'absence du composant est recherchée dans les eaux d'élution ainsi que pour les composants métalliques pour lesquels un dosage systématique doit être réalisé (voir question 3).

Des questions 3 et 4 découlent les questions suivantes :

- ⇒ Quelle tolérance maximale totale pour les composants non inscrits dans les LP entrant pour moins de 0,1 % en masse de résine pourrait garantir une absence de risque pour la santé ?
- ⇒ Une tolérance maximale pour l'ensemble des composants représentant entre 0,1 et 1 % en masse de résine doit elle être fixée, sachant qu'une concentration totale maximum est fixée dans les eaux d'élution dans les critères proposés pour les résultats d'essais de migration?
- ⇒ La limite de 3 µg/L, spécifiée pour le dosage des composants non listés dans les critères d'acceptabilité pour les résultats des essais de migration, est-elle pertinente d'un point de vue sanitaire ?

Un facteur 10 existe entre la tolérance pour les composants non listés définie dans les lignes directrices de 2009 (0,1 % toléré sans suivi analytique) et celle qui est proposé aujourd'hui (tolérance 0,01 g pour fabriquer 100 g de REI). En appliquant le même facteur pour définir la tolérance de concentration des composés non inscrits sur les listes positives, le maximum de 1 % qui était indiqué dans les LD de 2009 pour les composants ne figurant pas dans les listes positives devient 0,1 g pour fabriquer 100 g de REI.

Considérant que la masse maximale autorisée dans la formulation des REI pour les composants non inscrits dans des LP est de 0,1 g pour fabriquer 100 g de résine, les experts proposent que cette limite s'applique au cumul des masses de composants non inscrits sur LP.

L'expérience montre qu'aucun changement n'est nécessaire pour l'expression de la limite de 3 µg/L comme critère d'acceptabilité pour les résultats de migration.

5 Question 5 : Résine représentative d'une famille

Dans le cas d'une demande d'agrément pour une famille de REI, la résine présentant la granulométrie la plus fine doit être utilisée pour réaliser les essais. Cependant, la granulométrie est généralement précisée, dans les dossiers, sous forme de plage de diamètres des billes, ce qui rend difficile le choix de la résine représentative de la famille. Quels éléments le pétitionnaire doit-il fournir concernant la granulométrie des résines pour identifier sans équivoque la résine représentative d'une famille ?

Si plusieurs résines de même fabrication doivent être examinées, les essais de migration se feront avec la résine ayant la plus grande surface spécifique possible, cette surface étant le lieu des échanges migratoires. Au sens strict du terme, la surface spécifique est la surface d'échange d'une bille qui tient donc compte de sa porosité. Dans ce cas, et parce qu'il s'agit de comparer des lots de résines de même fabrication ayant des diamètres différents, seule la surface spécifique apparente sera considérée, soit celle ramenée à une unité de volume. Dans ce contexte la donnée nécessaire est la distribution granulométrique qui va permettre de calculer cette surface.

Les données de la distribution granulométrique, sont constituées par la caractérisation des classes de particules. Dans chaque classe (i) existent n_i particules de rayon r_i .

La surface d'une sphère étant $4 \cdot \pi \cdot r_i^2$, la surface d'échange sera $S_{\text{tot}} = \sum n_i \cdot 4 \cdot \pi \cdot r_i^2$

Le volume du même échantillon mesuré sera $V_{\text{tot}} = \sum n_i \cdot 4/3 \cdot \pi \cdot r_i^3$

La surface spécifique apparente sera donc $S_{\text{spec}} = 3 \cdot (\sum n_i \cdot r_i^2) / (\sum n_i \cdot r_i^3)$

Il conviendra, autant que possible, d'être en mesure de calculer cette surface spécifique pour toutes les résines d'une même famille et de comparer les surfaces afin de choisir la résine qui présente la surface la plus grande, et donc les plus grandes capacités migratoires.

Les données de la distribution granulométrique devront être fournies par les pétitionnaires avec le calcul de la surface spécifique pour chaque résine de la famille.

Rappel sur les termes souvent utilisés :

Diamètre médian : Le diamètre médian (d_{50}) est le diamètre qui divise la distribution en deux parties quantifiées à parts égales. Si la distribution est volumique, on peut dire que 50% du volume total correspond au volume des particules de diamètre inférieur au d_{50} . Si la distribution est en nombre, on peut dire que 50% des particules ont une taille inférieure au d_{50} . Cette donnée ne peut laisser présager en rien de la surface d'échange de la population de particules.

Diamètre moyen : $D_{\text{moy}} = (\sum n_i \cdot d_i) / (\sum n_i)$ – Cette grandeur ne permet pas une représentation précise de la surface, mais certainement une valeur à laquelle se fier par défaut.

Le terme « granulométrie » est utilisé par abus de langage à la place de « distribution granulométrique » qui est le terme précis.

6 Question 6 : Renouvellement d'agrément

Pour les demandes de renouvellement d'agrément, des essais complets sont nécessaires. Toutefois des industriels s'y opposent en indiquant que ce n'est pas une obligation réglementaire. Cependant, dans certains dossiers de renouvellement, des modifications de formulation n'ont pas été signalées pendant la durée de 5 ans de l'agrément. Un agrément de REI peut-il être renouvelé si des essais complets ne sont pas réalisés ? L'agrément des résines contenant un composant non listé peut-il être renouvelé si aucun dossier d'inscription le concernant n'est en cours de dépôt ou d'évaluation ?

Les agréments des résines ont toujours été délivrés avec l'obligation faite au pétitionnaire de signaler toute modification de formulation au cours de la période d'agrément. Il apparaît que ces cas sont extrêmement rares.

Les pétitionnaires peuvent changer de fournisseur pour certains composants utilisés pour la synthèse de leur résine au cours de leur période d'agrément. De même un fabricant de préparation peut changer de fournisseur sans que le pétitionnaire ne soit informé. Ces changements de fournisseurs peuvent induire des modifications dans la formulation (par exemple taux d'impuretés).

Les pétitionnaires peuvent ne pas changer de formulation, mais modifier leur procédé (température, pression, durée de synthèse, conditions de lavage, ...). Ces modifications dans le procédé de fabrication peuvent influencer la composition finale de la résine.

Lors du renouvellement de l'agrément, le pétitionnaire ne fournit pas toujours la même résine que celle testée 5 ans auparavant (différence de granulométrie, différents modes de « purification »...).

Plus rarement, le pétitionnaire peut décider de modifier le protocole de régénération ou de lavage de ses résines préconisé à ses clients ce qui peut influencer le relargage des molécules constitutives de la résine.

L'ensemble de ces raisons font qu'il est pertinent, lors de chaque demande de renouvellement, que les résines soient systématiquement réévaluées suivant la procédure intégrale.

Certains dossiers réalisés suivant l'ancienne procédure ont revendiqué un renouvellement suivant cette même procédure. La procédure de renouvellement pour ces résines doit suivre la procédure actualisée et la résine doit être soumise aux essais complets suivant le protocole de mise en eau présenté dans les LD de 2009.

7 Question 7 : Autres précisions concernant les LD

D'autres dispositions des LD devraient-elles être étudiées par rapport à des évolutions réglementaires, contextuelles, scientifiques et/ou technologiques depuis 2009, notamment concernant les seuils odeur/saveur ?

De nombreuses questions ont été posées par les rapporteurs suite aux différents dossiers examinés. Les rapports établis par les laboratoires lors de l'examen de la composition chimique montrent des grandes différences dans la présentation. Les rapporteurs souhaitent donc une homogénéité dans les rapports d'évaluation de la composition chimique (formulation) des REI.

Disposer de la formulation exacte

Pour cela, le laboratoire devra demander au pétitionnaire la composition exacte de la résine et notamment les masses des composants utilisés pour la fabrication de la résine (en g pour fabriquer 100 g de résine produit fini).

Le laboratoire devra indiquer systématiquement :

- la liste de tous les composants entrant dans la fabrication de la résine,
- les numéros PM/REF et CAS des composants,
- la masse utilisée (en g) pour la fabrication de 100 g de produit fini,
- si le composant est inscrit dans une liste positive et préciser laquelle,
- si le composant est soumis à une restriction (LMS ou QM) et préciser sa valeur,
- le pourcentage exact d'impuretés dans les matières premières pour lesquelles une restriction existe (exemple : pourcentage d'EVB dans le DVB).

Justification des composés analysés dans les eaux d'élution et chronologie entre l'examen de la formulation et la réalisation des essais

Pour l'évaluation de la conformité, l'examen de la formulation de la résine doit être effectué préalablement à la mise en œuvre des essais d'innocuité. En effet, le laboratoire doit savoir avant de commencer les essais de migration de la résine, s'il devra analyser des molécules spécifiques dans les eaux d'élution. Il doit vérifier sa capacité à les analyser avec une méthode disposant d'une limite de quantification suffisante.

Vérification des QM

Les QM sont les quantités maximales autorisées résiduelles du composant dans le matériau. Aucun facteur de conversion ne leur est appliqué pour les adapter aux REI utilisées pour le traitement de l'EDCH. Pour vérifier que les QM sont respectées il faudrait réaliser des analyses directement sur la résine et non sur l'eau d'élution. Pour ne pas apporter de confusion dans les dossiers les experts proposent, plutôt que de demander la composition de la résine qui est obtenue par calcul, que la QM soit vérifiée à partir des masses de composants utilisés pour la fabrication de 100 g de résine.

Si la QM est respectée dans ce « pire cas », la sécurité sanitaire est assurée, sinon le composant sera recherché dans les eaux d'élution.

Si pour un composant les deux types de restrictions (QM et LMS) coexistent sur la LP prise en compte, la LMS sera prise en compte en priorité.

Prise en compte des molécules CMR

Lors de l'examen des différents dossiers, il est constaté que des substances classées « CMR » sont parfois utilisées pour la fabrication des échangeurs d'ions. La liste de ces substances est extraite des tableaux 3.1 et 3.2 de l'annexe VI du 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 (règlement dit CLP pour Classification, Labelling, Packaging)¹³.

En conséquence, la liste des CMR dont la classification est harmonisée n'est pas une liste exhaustive des substances CMR présentes sur le marché. D'autres substances peuvent être classées cancérogènes et/ou mutagènes et/ou toxiques pour la reproduction par les fournisseurs sur la base des critères figurant à l'annexe I du règlement CLP.

Elles doivent être identifiées en s'appuyant sur la brochure ED976¹⁴ de l'INRS. Si une substance CMR figure sur une liste positive, elle ne fera pas l'objet d'un traitement différent des autres de la liste. Par contre si une substance CMR, quelle que soit la catégorie dans laquelle elle est classée, ne figure pas dans les listes positives, la formulation sera jugée non conforme.

Prise en compte des « substances REACH »

Le règlement REACH met à disposition :

- une liste de « substances interdites » pour certains usages dans l'annexe XVII du règlement (restrictions d'usage),
- une liste de « substances préoccupantes » ou SVHC (Substances of Very High Concern) qui figurent dans la liste candidate ; certaines substances de cette liste sont ensuite priorisées et après inscription à l'annexe XIV de REACH elles nécessitent une autorisation pour être utilisées.

Les substances utilisées dans les MCDA qui figurent sur le règlement 1935/2004 sont exemptées d'autorisation lorsqu'elles sont identifiées SVHC en raison d'effets sur la santé humaine (CMR 1A ou 1B et propriétés de perturbation endocrinienne pour l'Homme). Elles ne sont cependant pas exemptées d'autorisation lorsqu'elles sont identifiées SVHC pour des raisons environnementales (classées PBT ou vPvB : persistante, bioaccumulable et toxique ou très persistante et très bioaccumulable).

L'objectif de cette procédure d'autorisation est la substitution progressive des substances inscrites à l'annexe XIV et les autorisations d'utilisation sont données pour une durée limitée (avec possibilité toutefois de renouvellement).

La liste des composants utilisés dans la fabrication des REI devra être comparée à celle figurant à l'annexe XIV¹⁵ du règlement REACH. Si l'un d'entre eux y figure et est classé très préoccupant pour des raisons environnementales (PBT ou vPvB), il convient de demander une autorisation pour

¹³ <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/FR/ALL/?uri=OJ:L:2008:353:TOC>

¹⁴ <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20976>

¹⁵ <http://echa.europa.eu/web/guest/candidate-list-table>

cet usage ; à défaut d'autorisation l'utilisation de ces substances est interdite (à compter des dates d'application indiquées sur le site de l'ECHA¹⁶).

Prise en compte des additifs alimentaires

Les additifs autorisés dans les denrées alimentaires et leurs conditions d'utilisation sont répertoriés à l'annexe II du règlement (CE) n° 1333/2008 sur les additifs alimentaires¹⁷. Seuls les additifs figurant sur cette liste sont autorisés, sous certaines conditions. Ces additifs sont classés en fonction des catégories d'aliments auxquels ils peuvent être ajoutés.

Dans le cas des REI, les additifs inscrits sur les listes positives retenues dans le cadre des agréments sont acceptés au même titre que les autres substances de ces listes. Dans le cas où une substance non listée serait un additif autorisé dans l'alimentation la question sera transmise à l'Anses.

Recherche des métaux

La recherche des éléments métalliques dans les eaux d'éluion doit être faite par le laboratoire en fonction de l'évaluation de la composition chimique des REI (ex : chrome pour suivi du dichromate de potassium utilisé dans la fabrication de certains échangeurs). Leur concentration dans les eaux d'éluion devra être conforme à la LMS_{eau} et à $3/5^e$ de la valeur guide pour l'EDCH¹⁸, cette dernière pouvant être inférieure à la LMS_{eau} .

Concernant la réalisation du profil CG/SM

La transmission des résultats précisant les temps de rétention voire les molécules quantifiées à une concentration supérieure à 2 µg/L (LQ de la méthode) a été effectuée sur les derniers dossiers de demande d'agrément concernant les REI. Cette démarche doit être poursuivie et les rapports m/z (masse /charge) devraient être précisés pour les composés non identifiés.

Des contaminations indiquées par des laboratoires comme étant extérieures à la résine ont été décrites dans les résultats transmis pour certaines résines. Le laboratoire doit être tenu de réaliser des témoins négatifs et vérifier ainsi que le protocole d'essai mis en œuvre n'entraîne pas de contamination des échantillons. Les rapporteurs proposent que l'industriel transmette systématiquement deux échantillons provenant, si possible, de deux lots différents afin de réaliser des essais contradictoires si de telles situations se reproduisaient.

Concernant la réalisation du profil CL-SM/SM-HR

Jusqu'à présent la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (CL-SM) ne permettait de quantifier que des composés cibles connus à l'avance. Depuis 5 ans environ, une nouvelle génération d'instruments haute résolution (CL-SM/SM-HR) permet d'identifier des composés inconnus lorsqu'ils sont dans la base de données de spectres SM/SM. Ces bases de données actuelles ne contiennent que des composés d'intérêt toxicologique (pesticides, médicaments, drogues), elles sont spécifiques à un instrument et aux conditions opératoires. La mise en œuvre systématique de la technique CL-SM/SM-HR n'est pas envisageable dans l'immédiat. Cependant, afin de progresser sur cette méthode qui doit permettre de détecter des composants qui passent inaperçus dans le protocole actuel et de pouvoir statuer sur la pertinence

¹⁶ <http://echa.europa.eu/fr/>

¹⁷ <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:354:0016:0033:FR:PDF>

¹⁸ En référence à l'avis 2011-SA-0127 de l'Anses du 2 juillet 2012 relatif à l'évaluation des risques sanitaires liés aux dépassements de la limite de qualité du chrome dans les EDCH, en cas de suivi du chrome la concentration maximale de 6µg/L en chrome VI devra être vérifiée.

de déployer cette méthode pour le cas des REI, la problématique des résines pourra être intégrée dans le projet d'étude identifié dans l'avis 2012-SA-0114 relatif à l'évaluation de l'innocuité sanitaire des matériaux organiques des installations fixes de production, de traitement et de distribution d'EDCH (MCDE) – Paramètres à mesurer dans les eaux issues des essais de migration et critères d'acceptabilité :

« des études mettant en œuvre les techniques de couplage d'une chromatographie en phase liquide avec une spectrométrie de masse haute résolution (CL-SMHR) sur les eaux issues des essais de migration sur différents matériaux organiques doivent être engagées dans le but de :

- ✓ confirmer la complémentarité entre les techniques de chromatographie liquide et gazeuse en termes de molécules détectées,
- ✓ préciser les conditions opératoires (extraction ou injection directe, type de colonne, etc.),
- ✓ évaluer les performances des techniques disponibles (limites de détection, quantification, etc.),
- ✓ définir les modalités d'interprétation des résultats,
- ✓ initier le développement de bases de données spécifiques aux MCDE ».

La réalisation de ces études spécifiques est toujours nécessaire pour valider le suivi du paramètre CL/SM dans les eaux d'élution.

Fin des sursis à statuer dans le cadre des nouvelles dispositions réglementaires

Pour des raisons juridiques il n'est plus possible d'émettre un « sursis à statuer » dans le cadre d'une demande d'agrément pour une REI et les dossiers doivent être instruits par l'Agence en quatre mois, sans possibilité de prolongement. Une demande groupée d'éléments complémentaires peut être adressée au laboratoire ou au pétitionnaire et peut induire un « arrêt d'horloge ».

Un projet d'arrêté relatif aux REI figure au programme de travail de la Direction générale de la santé (DGS). Une fois l'arrêté publié, ces dossiers ne devraient plus être examinés par l'Anses, sauf cas particuliers. Avant de transmettre la compétence aux laboratoires habilités, les rapporteurs proposent de maintenir l'examen par l'Anses sur une période de 5 ans afin de procéder à d'éventuels ajustements, précisions complémentaires au regard des difficultés pratiques rencontrées par les laboratoires habilités..

Évaluation de l'efficacité des procédés mettant en œuvre les REI

Les LD de 2009 indiquent en avant propos que « l'efficacité des REI étant dépendante des caractéristiques de la résine et de sa capacité d'échange précisées par le pétitionnaire, aucune expertise supplémentaire concernant l'efficacité des résines échangeuses d'ions n'a été réalisée. »

Cependant les préconisations d'emploi ne sont données que pour les usages adoucissement, décarbonatation, dénitration et déminéralisation. Ainsi, pour les autres revendications portées par les pétitionnaires : jusqu'à maintenant élimination des sulfates, matières organiques et perchlorates, un dossier apportant les preuves de l'efficacité de rétention de la résine pour ces composés devra être demandé.

Suivi analytique, et conformité de toutes les fractions issues des essais d'élution

Les laboratoires ne disposent que de 1,5 L d'eau d'élution par fraction collectée et doivent parfois doubler les essais pour disposer de suffisamment d'eau pour réaliser les analyses nécessaires en fonction du nombre de composés à suivre. Ils s'interrogent notamment sur l'intérêt de maintenir les dosages de EVB/DVB pour lesquels il n'apparaît jamais de résultats positifs.

Au regard des résultats présentés dans les dossiers d'agréments il n'est pas possible de se baser sur une diminution des migrations au fil des fractions et dans ce cadre, se restreindre à des résultats conformes sur la première fraction en misant sur une décroissance. Les rapporteurs

confirment qu'en l'état des connaissances les analyses doivent être réalisées et conformes sur toutes les fractions recueillies.

Sous-traitance

Dans la mesure du possible le laboratoire doit réaliser les analyses dans ses locaux.

S'il n'est pas en mesure de le faire et s'il délègue la réalisation des analyses à un autre laboratoire, il se doit d'en avertir l'autorité, de communiquer le nom du laboratoire qui a réalisé les essais et d'apporter la preuve qu'il dispose d'un système qualité et d'un protocole de validation de la méthode se rapprochant des préconisations de la norme NF T90-210¹⁹ pour les analyses qu'il réalise dans le cadre des demandes d'agrément.

¹⁹ NF T90-210 - Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire

8 Revue des recommandations des LD de 2009

1. *La mise à disposition, sur le site internet de la DGS d'une liste régulièrement mise à jour des échangeurs ayant une autorisation de mise sur le marché en cours de validité.*
2. *La transmission à l'Agence d'un bilan annuel des dossiers refusés par les laboratoires habilités précisant notamment les conditions de ces refus afin d'améliorer la connaissance liée au protocole utilisé.*
3. *La transmission à l'Agence d'un bilan annuel des substances non inscrites sur les listes positives reconnues et figurant dans la formulation des échangeurs d'ions ayant obtenu un agrément.*

Ces trois premières recommandations sont maintenues, aucun élément ne permet d'indiquer qu'elles ont été suivies. Cependant, les recommandations 2 et 3 pourraient être fusionnées en précisant l'organisation de réunions annuelles entre les laboratoires habilités, l'Anses et la DGS pour faire le point sur les difficultés rencontrées par rapport à l'application des lignes directrices.

4. *La réalisation d'un profil CL/SM lors de l'analyse des 4 collectes recueillies selon le nouveau protocole de mise en eau. Pour cette analyse, aucune valeur limite n'a été fixée car cette méthode n'est pas normalisée et n'est pas encore utilisée en routine par les laboratoires habilités. En outre, les résultats obtenus dépendent du protocole et de la bibliothèque disponible pour chaque système analytique. Le groupe de travail souhaite que dans quelques années, cette méthode soit utilisée en routine par les laboratoires habilités car cette évolution analytique permettra de détecter les composés polaires pouvant être facilement relargués par les résines. L'Agence souhaite recevoir un bilan annuel des composés que les laboratoires habilités ont détectés avec cette technique afin d'envisager, le cas échéant, une révision du protocole et/ou des limites fixées.*

Cette recommandation est maintenue et s'intégrera dans l'étude prévue pour les matériaux au contact de l'EDCH (voir Question 7).

5. *La rédaction de notices techniques pour les échangeurs d'ions intégrant impérativement l'ensemble des éléments figurant au chapitre 4 (préconisations de mise en œuvre).*

Cette recommandation peut être maintenue.

6. *La réalisation d'études sur les relargages des échangeurs en fonction de leur vieillissement et de leur durée de stockage avant leur première utilisation.*

Cette recommandation pourrait faire l'objet d'un projet de recherche bien que le sujet du vieillissement soit également une problématique pour les matériaux au contact des EDCH.

7. *D'une façon générale pour tous les matériaux, objets, produits et procédés de traitement utilisés en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine, l'Agence recommande :*
 - o *que chaque produit fasse l'objet d'un contrôle régulier de la production en usine (audits) par un organisme tiers,*
 - o *qu'un plan de prélèvement des échantillons pour essais soit réalisé, par un organisme tiers, par sondage de produits prélevés en usine.*

Cette démarche serait envisageable avec la mise en place d'un système de certification, le protocole réglementaire d'agrément ne s'y prête pas.

Une recommandation pourrait-être ajoutée :

8. traduire les LD de 2009 modifiée par le présent rapport dans la réglementation nationale.

9 Conclusions et recommandations

L'application des LD de l'Agence pour évaluer l'innocuité des REI (parues en 2009) est récente puisque la DGS a édité un courrier dans ce sens aux laboratoires habilités le 5 juillet 2012. Depuis lors, l'Anses a examiné plus d'une quinzaine de dossiers de demande d'agrément de REI. Les conclusions présentées ci-après visent à adapter les LD de 2009 grâce à l'expertise acquise avec ces dossiers.

Sept questions correspondant aux chapitres du présent rapport ont été identifiées en début d'expertise et les réponses apportées sont synthétisées ci-après.

1 : Les déclarations de formulation devront présenter les masses (en gramme) de tous les composants nécessaires à la fabrication de 100 g de résine telle que commercialisée.

2 : Les listes positives auxquelles se référer sont indiquées ci-après. Elles sont à examiner dans l'ordre dans lequel elles sont citées et les restrictions et/ou spécifications indiquées dans la première liste dans laquelle se trouve le composant sont à vérifier.

- Résolution AP(2004)3 – liste 1 et 2 ;
- Règlement (UE) n°10/2011 ;
- 4MS Combined Positive List – uniquement les substances utilisées en France ;
- Résolution AP (92)2.

3 et 4 : Les réponses sont intégrées dans la figure 2 (page suivante).

5 : Le pétitionnaire doit préciser la résine représentative d'une famille en indiquant dans son dossier les surfaces spécifiques et les distributions granulométriques des résines de la famille.

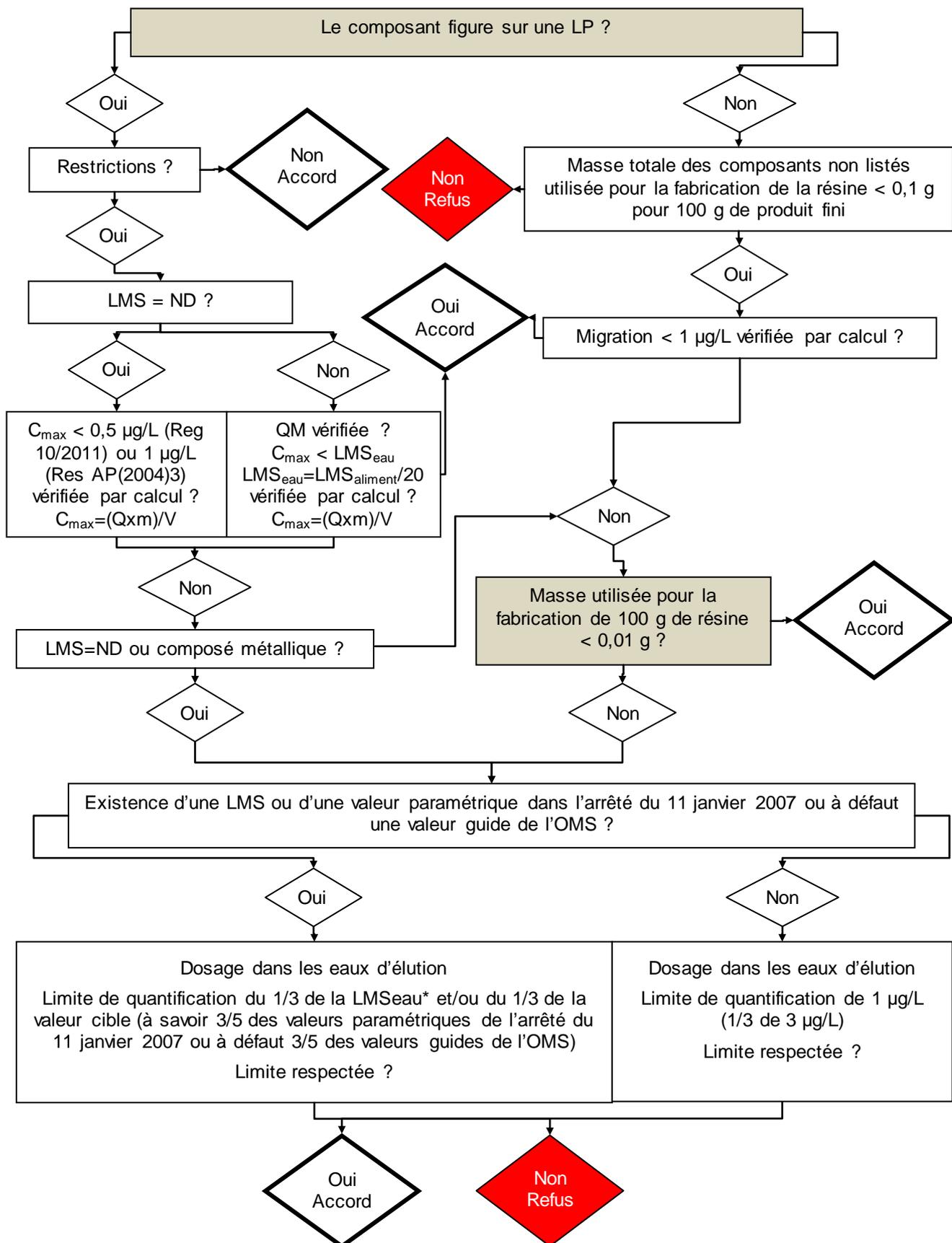
6 : Des essais complets seront menés suivant les LD de 2009 et les préconisations du présent rapport pour toutes les demandes de renouvellement d'agrément.

7 : par rapport au retour d'expérience sur les dossiers instruits les points suivants ont été explicités :

- Disposer de la formulation exacte,
- Justification des composés suivis et chronologie entre l'examen de la formulation et la réalisation des essais
- Vérification des QM
- Prise en compte des substances CMR
- Prise en compte des substances REACH
- Prise en compte des additifs alimentaires
- Réalisation des profils CG/SM
- Recherche des métaux
- Réalisation des profils CL/SM
- Évaluation de l'efficacité des résines
- Sous-traitance des analyses

Les principales clarifications sur ces onze points d'ajustement sont reprises dans les recommandations qui suivent.

Figure 2 : Déroulement de l'examen de la composition d'une résine échangeuse d'ions



*Si LMS = ND dans résolution AP(2004)3 alors LQ=3 µg/L, si LMS=ND dans règlement 10/2001 alors LQ=1,5 µg/L

Les réponses aux questions et le travail réalisé dans le présent rapport ont permis d'aboutir aux recommandations suivantes :

Concernant les laboratoires habilités, ils devront préciser dans leurs rapports d'examen des formulations des REI :

- la liste des composants entrant dans sa fabrication avec leurs numéros CAS et PMREF,
- leurs masses (en g) utilisées pour la fabrication de 100 g de résine telle que commercialisée (Produit fini), et les intervalles de masse déclarés par le pétitionnaire,
- la liste positive sur laquelle figurent les composants,
- les restrictions associées, et également le pourcentage exact d'impuretés dans les matières premières pour lesquelles une restriction existe (notamment pour le cas de la présence d'EVB dans le DVB),
- le cas échéant, le statut des composants dans le cadre de la réglementation REACH (annexe XIV),
- le cas échéant, pour les composants non inclus dans une liste positive, leur statut CMR,
- les composants dont les restrictions sont vérifiées par calcul,
- les composants faisant l'objet d'un dosage, les valeurs limites qu'ils ne doivent pas dépasser dans les eaux d'éluion et la limite de quantification de la méthode d'analyse utilisée,
- dans le cas d'une sous-traitance analytique par le laboratoire habilité, le nom du laboratoire retenu et apporter la garantie que ce laboratoire dispose d'un système qualité et utilise une méthode validée suivant un protocole se rapprochant des préconisations de la norme NF T90-210 : Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire,
- les rapports m/z pour les molécules présentes à une concentration supérieure à 2 µg/L dans les eaux d'éluion et non identifiées par couplage CG/SM,

Concernant le pétitionnaire, il devra transmettre :

- la liste de toutes les préparations et composants qu'il utilise pour fabriquer 100 g de REI telle que commercialisée, accompagnée des masses respectives mises en œuvre et des variations éventuelles de ces masses,
- deux échantillons de résine provenant, si possible, de deux lots différents afin de pouvoir réaliser des essais complémentaires en cas de suspicion de contamination des échantillons extérieure à la résine. Chaque échantillon devra être accompagné des masses exactes utilisées pour le fabriquer.

Concernant l'Anses, ces lignes directrices sont susceptibles d'être revues au regard des travaux devant être réalisés sur :

- les variations de masse dans les déclarations des masses de composants utilisés pour la fabrication des REI,
- l'opportunité et les conditions permettant d'accepter des composés inconnus pour la fabrication des REI,
- les preuves d'efficacité que les pétitionnaires doivent fournir dans le cadre d'une revendication non reconnue pour une REI,

- l'utilisation de la méthode CL/SM comme indiqué dans l'avis 2012-SA-0114 précité,
- la mise à jour du rapport de 2009 relatif aux LD REI sur la base du présent rapport,
- les modalités d'échange permettant une consultation de l'Anses en cas de problème dans l'application du protocole et un retour d'expérience annuel sur l'application de la procédure d'évaluation de l'innocuité des REI.

Date de validation du rapport : 2 février 2016

ANNEXE

Annexe 1 : Autosaisine



Décision n° 2015-07-246

AUTOSAISINE

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 se saisit afin de réaliser une expertise dont les caractéristiques sont listées ci-dessous.

1.1 Thématiques et objectifs de l'expertise

L'expertise vise à apporter des précisions techniques concernant les conditions d'examen de la formulation chimique des résines échangeuses d'ions (REI) réalisé par les laboratoires habilités par le ministère chargé de la santé. Elle permettra entre autres de clarifier sur cet aspect les lignes directrices (LD) pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine (EDCH) rédigées en 2009 par l'Agence afin d'éviter les divergences d'interprétation.

1.2 Contexte de l'autosaisine

Les REI sont utilisées pour le traitement de l'EDCH depuis les années 1980. Leur mise sur le marché ne fait pas l'objet d'une réglementation européenne harmonisée mais est soumise à des exigences réglementaires nationales au niveau de plusieurs pays membres. Des procédures allégées doivent être mises en place dans le cas de demande de reconnaissance mutuelle.

Les exigences pour la mise sur le marché français relèvent du code de la santé publique (CSP). L'article R.1321-50-I du CSP précise que : « *les produits et procédés mis sur le marché et destinés au traitement de l'eau destinée à la consommation humaine doivent, dans les conditions normales ou prévisibles de leur emploi, être conformes à des dispositions spécifiques définies par arrêté du ministre chargé de la santé visant à ce que :*

- *ils ne soient pas susceptibles, intrinsèquement ou par l'intermédiaire de leurs résidus, de présenter directement ou indirectement 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 ;*
- *ils soient suffisamment efficaces.*

Ces dispositions s'appliquent en tout ou partie, selon les groupes de produits et procédés de traitement et en fonction de leurs usages [...] ».

Dans l'attente de la publication des arrêtés cités à l'article R. 1321-50-I du CSP, l'Anses évalue l'innocuité des REI à la demande de la DGS en conformité avec l'article R. 1321-50-IV du CSP.

Pour évaluer les dossiers l'Anses se conforme aux dispositions définies dans l'arrêté du 29 mai 1997 modifié¹ et dans ses circulaires d'application². Les dispositions spécifiques applicables aux résines échangeuses d'ions définies dans les circulaires des 23 juillet 1985³ et 27 mai 1987⁴ ne sont plus utilisées car, à la demande de la DGS, l'Agence a publié en décembre 2009 des lignes directrices (LD) pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement d'EDCH⁵. Les dossiers examinés comportent une partie descriptive rédigée par le pétitionnaire, un examen de la conformité, portant d'une part sur la formulation chimique et, d'autre part, sur les résultats des essais de migration, réalisé par un des deux laboratoires habilités⁶ (LH) à cet effet par le ministère chargé de la santé.

Lors de l'élaboration des LD, les travaux avaient porté essentiellement sur l'application de la norme européenne NF EN 12873-3⁷ pour la réalisation des essais de migration et la définition de nouveaux critères d'acceptabilité associés aux résultats de ces essais. Quelques ajustements avaient également été apportés à l'examen de la formulation chimique avec notamment l'introduction d'une tolérance allant jusqu'à 1 % en masse de résine de substances non inscrites sur les listes positives (LP) sous certaines conditions et 0,1 % en masse de résine sans condition.

À ce jour aucun arrêté n'impose l'utilisation des LD, mais suite aux attentes du comité d'experts spécialisé (CES) Eaux et des pétitionnaires qui souhaitent disposer de dossiers suivant les LD de 2009, la DGS a adressé un courrier le 5 juillet 2012 aux LH leur demandant de mettre en application les recommandations des LD de l'Anses.

Par ailleurs, ces dossiers relèvent depuis 2014 du nouveau régime juridique « silence de l'Administration vaut acceptation »⁸ qui implique des délais contraints pour la réalisation de l'expertise.

Lors de l'évaluation d'une série de dossiers de demande d'agrément en 2014 et 2015, le CES Eaux a relevé des distorsions d'interprétation entre les LH, notamment dans la manière de réaliser l'examen de la formulation chimique des REI.

Lors de la réunion du groupe de travail matériaux au contact de l'eau (GT MCDE) du 6 mars 2015 à laquelle des experts du GT Résines ont été conviés, les experts se sont accordés pour évaluer les dossiers en cours et ont demandé que des précisions soient apportées aux LD sur certains points afin d'uniformiser les dossiers d'expertise et les pratiques des LH.

¹ 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 modifié par les arrêtés du 24 juin 1998, 13 janvier 2000, 22 août 2002 et 16 septembre 2004 (publiés respectivement au Journal Officiel des 1er juin 1997, 25 août 1998, 21 janvier 2000, 3 septembre 2002 et du 23 octobre 2004).

² Circulaires DGS/V54 du 7 mai 1990 et DGS/V54 n° 2000-166 du 28 mars 2000 relatives aux produits et procédés de traitement d'eau destinée à la consommation humaine.

³ Circulaire DGS/PGE/1.D. n° 1135 du 23 juillet 1985 relative à l'emploi de résines échangeuses d'anions pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine

⁴ Circulaire du 27 mai 1987 relative à l'emploi des résines échangeuses de cations pour le traitement des eaux destinées à la consommation humaine

⁵ Afssa - Lignes directrices pour l'évaluation des échangeurs d'ions utilisés pour le traitement d'eau destinée à la consommation humaine- décembre 2009 – saisines 2006-SA-0286 et 2006-SA-0350 - www.anses.fr/sites/default/files/documents/EAUX-Ra-Resines.pdf

⁶ Arrêté du 18 août 2009 modifié relatif aux conditions d'habilitation des laboratoires en application de l'article R.*1321-52 du code de la santé publique

⁷ Norme AFNOR NF EN 12873-3 : Influence sur l'eau des matériaux destinés à entrer en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine - Influence de la migration - Partie 3 : Méthode d'essai des résines adsorbantes et échangeuses d'ions.

⁸ Décret n° 2014-1287 du 23 octobre 2014 relatif aux exceptions à l'application du délai de deux mois de naissance des décisions implicites d'acceptation sur le fondement du II de l'article 21 de la loi n° 2000-321 du 12 avril 2000 relative aux droits des citoyens dans leurs relations avec les administrations (ministère des affaires sociales, de la santé et des droits des femmes)

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

1. Dans les dossiers de demande d'agrément les compositions sont présentées en indiquant le pourcentage de chaque substance introduit dans la formulation du produit fini. Les LD actuelle demandent le pourcentage par rapport à la masse sèche de la résine (produit fini). Lors de la réunion du 6 mars 2015 les experts se sont accordés pour demander les quantités de substances, exprimées par unité de masse, utilisées pour fabriquer le produit fini (les quantités de substances utilisées pour fabriquer 100 g de résine). Après un retour d'expérience sur plusieurs dossiers, ce mode de déclaration est-il valide et faut-il compléter les LD en conséquence ?
2. Quelles précisions doivent-être apportées sur les LP et quelle approche doit-être adoptée lorsqu'une substance apparaît dans plusieurs d'entre-elles avec des spécifications différentes ? Comment prendre en compte certaines spécifications existantes dans les LP MCDA (matériaux contact des aliments) (limites de migration spécifiques (LMS) indiquées non détectables, polymères dont le poids moléculaire est inférieur à 1000 Daltons,...) ?
3. Dans les dossiers la vérification des restrictions et spécifications (LMS adaptées à l'eau notamment) pour les substances inscrites sur les LP a posé problème aux LH. Les restrictions et/ou spécifications adaptées à l'eau sont les valeurs alimentaires divisées par 20 et les limites des méthodes analytiques mises en œuvre (limite de détection, limite de quantification) ne permettent pas toujours leur vérification par analyse. Quelles seraient les exigences analytiques à adopter et, le cas échéant, quelle approche par calcul serait acceptable dans le cadre de l'agrément des REI ? Lors de la réunion du GT MCDE du 6 mars 2015, les experts se sont accordés sur le mode de calcul suivant : $C_{max} = (Q \times m) / V$ avec Q la quantité en g de substance utilisée pour fabriquer 100 g de produit fini ; m la masse de 500 mL de résine en g et V le volume d'eau d'essai, soit 1,5 L. Ce mode de calcul est-il valide et les LD peuvent-elles être complétées en conséquence ?
4. Les substances non listées représentant moins de 0,1 % en masse de résine peuvent être utilisées sans suivi spécifique et les LP utilisées peuvent être anciennes et ne sont pas spécifiques aux REI. Lorsqu'une substance figure sur une LP et représente moins de 0,1 % en masse de résine, peut-on s'affranchir de la vérification des restrictions et spécifications qui lui sont éventuellement associées dans la LP ?

Des points 3 et 4 découlent les questions suivantes :

- ⇒ Une tolérance maximale totale pour les substances non inscrites sur les LP entrant à moins de 0,1 % en masse de résine est-elle sans risque pour la santé ?
 - ⇒ Une tolérance maximale totale pour les substances entrant entre 0,1 et 1 % en masse de résine sachant qu'un maximum analytique est fixé dans les critères proposés pour les résultats d'essais de migration est-elle sans risque pour la santé ?
 - ⇒ La limite de 3 µg/L (qui correspondrait à une substance entrant à 7,5.10⁻⁴ % en masse de résine) spécifiée pour le suivi des substances non listées dans les critères d'acceptabilité proposés pour les résultats des essais de migration est-elle pertinente d'un point de vue sanitaire ?
5. Dans le cas d'une demande d'agrément pour une famille de REI, la résine présentant la granulométrie la plus fine doit être utilisée pour réaliser les essais selon les LD actuelles. Cependant la granulométrie est généralement donnée dans les dossiers sous forme de plage de diamètres des billes, ce qui rend difficile le choix de la résine représentative de la famille. Quel sont les éléments que le pétitionnaire doit fournir concernant la granulométrie des résines pour identifier sans équivoque la résine représentative d'une famille ?
 6. Pour les demandes de renouvellement d'agrément, des essais complets sont nécessaires. Toutefois les industriels s'y opposent en indiquant que ce n'est pas une obligation réglementaire. Cependant dans certains dossiers de renouvellement, des modifications de formulation n'ont pas été signalées pendant la durée de 5 ans de l'agrément. Un agrément de REI peut-il être renouvelé si des essais complets ne sont pas réalisés ? L'agrément des résines contenant une substance non listée peut-il être renouvelé si aucun dossier d'inscription n'est en cours de dépôt ou d'évaluation pour cette substance ?

7. D'autres dispositions des LD devraient-elles être étudiées par rapport à des évolutions réglementaires, contextuelles, scientifiques et/ou technologiques depuis 2009 (notamment concernant les seuils odeur/saveur) ?

1.4 Durée prévisionnelle de l'expertise

L'expertise sera réalisée sur une durée de 6 mois sous réserve du flux des saisines prioritaires à traiter qui pourraient être transmises à l'Anses d'ici là.

Article 2.- Une note d'appui scientifique et technique sera émise et publiée par l'Agence à l'issue des travaux.

Fait à Maisons-Alfort, le

Marc MORTUREUX
Directeur général