

Savigny lès Beaune, le 5 juillet 2013

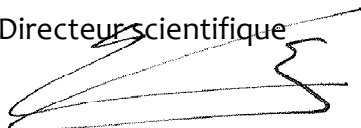
SIKA FRANCE SA
101, rue de Tolbiac
75 654 PARIS CEDEX 13

Dossier n°: CE13060818-3 / SIKA FRANCE SA

Expertise Scientifique
Étude de migration spécifique
de 16 phtalates dans les vins
à partir du revêtement :
SIKA PERMACOR PAE / HS

Dr. Cédric COURTOIS

Directeur scientifique



Anne-Laure TOUREL

Ingénieur Chimiste



Sommaire

1.	CONTEXTE.....	3
2.	ECHANTILLONS DISPONIBLES	3
3.	METHODOLOGIES.....	3
3.1.	MISE EN MACERATION POUR ETUDE DE MIGRATION	3
3.2.	RECHERCHE ET DOSAGE DES PHTALATES.....	4
4.	RESULTATS	5
5.	CONCLUSION	5

1. Contexte

La société SIKA FRANCE SA sollicite l'expertise du laboratoire VECT'OEUR pour une étude de migration spécifique de 16 phtalates dans les vins à partir d'un échantillon de résine.

SIKA FRANCE SA met à disposition du laboratoire VECT'OEUR 1 série d'éprouvettes en verre témoin, et 1 série d'éprouvettes en verre recouvertes de résine.

Les spécificités de l'échantillon sont décrites dans le paragraphe suivant.

Le laboratoire VECT'OEUR propose de réaliser une étude de migration dans les conditions du règlement UE N° 10/2011, afin de représenter des conditions de stockage de vin à température ambiante et d'une durée inférieure à 6 mois.

Le dosage des 16 phtalates est ensuite réalisé dans le macérât obtenu.

2. Echantillons disponibles

Les échantillons mis à disposition sont :

- Une série de 10 éprouvettes en verre de 10 x 2 cm², témoin, non recouvertes de résine,
- Une série de 10 éprouvettes en verre de 10 x 2 cm², recouvertes de résine SIKA PERMACOR PAE / HS.

3. Méthodologies

3.1. *Mise en macération pour étude de migration*

Chaque série de 10 éprouvettes est placée dans un flacon en verre de 1 L.

Les éprouvettes sont disposées de façon à obtenir un maximum de surface de contact entre la résine et la solution modèle vin. 400 mL de solution modèle vin, solution hydroalcoolique à 20 %, sont introduits dans chacun des flacons. Le ratio entre le volume de liquide et la surface de résine à étudier est optimisé de sorte à optimiser la quantité de phtalates détectable.

Les flacons sont placés 10 jours, dans une enceinte à 50°C.

3.2. Recherche et dosage des phtalates

A une prise d'essai de 25 mL de liquide à analyser sont ajoutés 25 mL d'eau distillée saturée de chlorure de sodium et 10 µg de di-n-hexylphtalate deutéré (standard interne). Une extraction est réalisée par 12,5 mL du mélange Ether/Hexane à 50:50 (V/V).

L'extrait organique est séché sur sulfate de sodium anhydre puis concentré sous azote et injecté directement en mode splitless sur une colonne DB-5 MS de 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm. La détection est réalisée par spectrométrie de masse.

Composés analysés :

Composés	Abréviations
Diméthyl phtalate	DMP
Diéthyl phtalate	DEP
Diallyl phtalate	DAP
Di-iso-propyl phtalate	DIPP
Di-iso-butyl phtalate	DIBP
Di-n-butyl phtalate	DBP
Bis(2-méthoxyéthyl) phtalate	DMEP
Di-n-pentyl phtalate	DNPP
Benzylbutyl phtalate	BBP
Dicyclohexyl phtalate	DCHP
Bis(2-éthylhexyl) adipate	DEHA (DOA)
Di-n-octyl phtalate	DNOP
Bis(2-éthylhexyl) phtalate	DEHP
Di-iso-nonyl phtalate et Di-iso-décyl phtalate	DINP et DIDP
Di-n-décyl phtalate	DDP

Limites de détection LDD = 0,01 mg.L⁻¹, sauf pour DINP et DIDP LDD = 0,50 mg.L⁻¹

4. Résultats

Référence Laboratoire	CA13060818-témoin		CA13060818-2	
Référence Client	Eprouvettes en verre non recouvertes de résine		Eprouvettes en verre recouvertes de résine SIKA PERMACOR PAE / HS	
Composés Recherchés	Valeur	Ecart-type	Valeur	Ecart-type
DMP	0,001	0,001	nd	
DEP	0,001	0,001	0,001	0,001
DIPP	0,001	0,001	nd	
DAP	0,001	0,001	0,005	0,004
DIBP	0,010	0,002	0,010	0,001
DBP	0,014	0,004	0,012	0,007
DMEP	nd		nd	
DNPP	0,001	0,001	nd	
BBP	0,002	0,003	0,001	0,001
DOA	0,024	0,016	0,017	0,005
DCHP	0,002	0,002	nd	
DEHP	0,110	0,032	0,121	0,011
DNOP	0,001	0,001	0,001	0,001
DINP	nd		nd	

5. Conclusion

Le macérât de simulant vin CA13060818-3 du revêtement SIKA PERMACOR PAE / HS renferme des teneurs en phtalates équivalentes, à l'incertitude de mesure près (écart-type), à celles observées dans le macérât témoin contenant uniquement des éprouvettes en verre.

Le revêtement SIKA PERMACOR PAE / HS étudié ne libère donc aucun des 16 phtalates recherchés dans les conditions de l'étude de migration représentant un stockage de vin à température ambiante pour une durée inférieure à 6 mois, selon les exigences du règlement UE N° 10/2011.