



# MINISTÈRE DE L'ÉCONOMIE DES FINANCES ET DE LA RELANCE

*Liberté*  
*Égalité*  
*Fraternité*

Service commun des laboratoires  
DGCCRF – DGDDI



**MINISTÈRE  
DE L'ÉCONOMIE  
DES FINANCES  
ET DE LA RELANCE**

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*

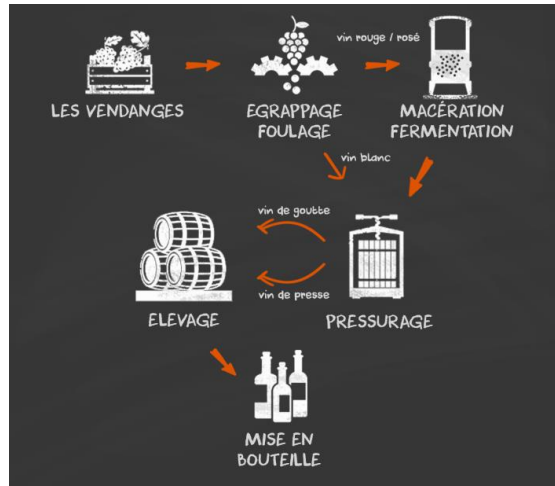
# **OEONOLOGUES EXPERTS DE JUSTICE : SCIENCES, COMPÉTENCES ET INVESTIGATIONS**

**« MATÉRIAUX AU CONTACT DES ALIMENTS ET ÉLABORATION DU VIN :  
RAPPEL DES PRINCIPAUX CONTAMINANTS DU VIN  
POTENTIELLEMENT ISSUS D'ÉQUIPEMENTS VITI-VINICOLES AINSI  
QUE DES OUTILS ANALYTIQUES PERMETTANT LEUR DÉTECTION »**

# Sommaire

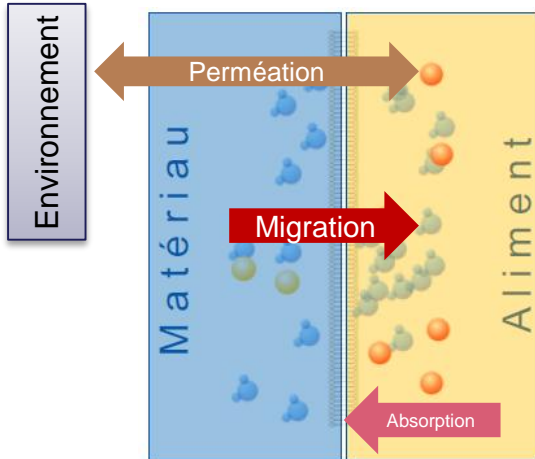
- Matériaux au contact du vin lors de son élaboration
- Interactions entre le matériau et la boisson alcoolisée
- Réglementation
- Mise en œuvre des essais pour l'évaluation de l'aptitude au contact alimentaire
- Exemple des phtalates

# Matériaux au contact du vin lors de son élaboration



Métaux, matière plastiques, béton, liège, céramique, bois, résine  
époxydique, liant, colle, silicone, papier, carton, encre...

# Interactions entre le matériau et la boisson alcoolisée



## Migration des substances:

- Monomères
- Additifs
- Substances non intentionnellement ajoutées (NIAS)  
(produits néoformés, produits de dégradation...)

- Modification des propriétés organoleptiques
- **Risque sanitaire**

## Conditions réelles d'utilisation:

- Du type de boissons alcoolisées (vin, spiritueux)
- Du type de contact (longue durée, fortuit, répété)
- Des conditions environnementales (température, pression, humidité, lumière...)
- Du matériau (géométrie, épaisseur, structure) et du ratio surface de contact / volume de boissons alcoolisées

## **Code la consommation**

Il est interdit de mettre sur le marché :

- Des matériaux / emballages / contenants non aptes au contact alimentaire
- Des boissons alcoolisées ayant été mises au contact avec des matériaux / emballages / contenants non conformes

## **Règlement (CE) n°1935/2004** du 27 octobre 2004 concernant les matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires

### *Article 3*

#### **Exigences générales**

1. 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:

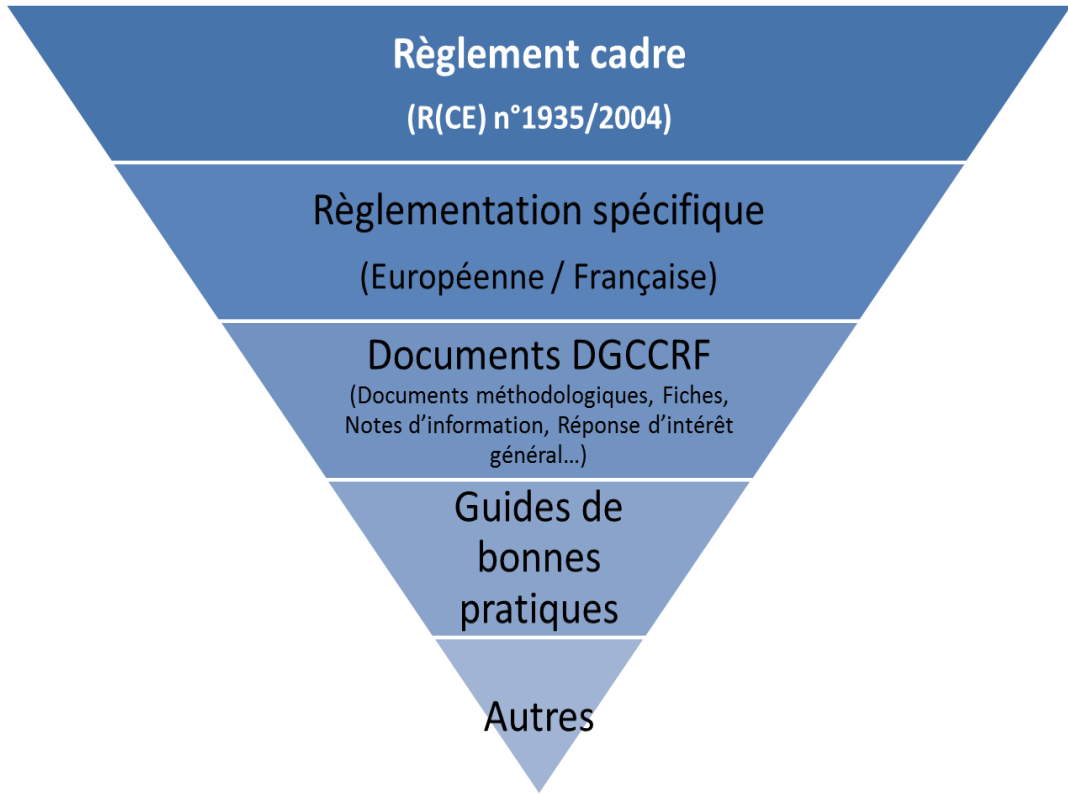
- a) de présenter un danger pour la santé humaine,  
ou
- b) d'entraîner une modification inacceptable de la composition des denrées,  
ou
- c) d'entraîner une altération des caractères organoleptiques de celles-ci.

### *Article 5*

#### **Mesures spécifiques à des groupes de matériaux et d'objets**

1. Pour les groupes de matériaux et d'objets figurant à l'annexe I et, le cas échéant, les combinaisons de ces matériaux et objets ou les matériaux et objets recyclés utilisés dans la fabrication de ces matériaux et objets, des mesures spécifiques peuvent être adoptées ou modifiées conformément à la procédure visée à l'article 23, paragraphe 2.

# Réglementation



# réglementation portant sur l'alimentarité des cuves



## Cuve béton:

Ne font pas l'objet d'une réglementation spécifique  
→ **R (CE) 1935/2004**



## Cuve béton revêtue:

fonction de la composition du revêtement  
Plastique : **Règlement (UE) n°10/2011** du 14/01/2011  
Dérivés époxydiques : **Règlement (CE) n°1895/2005**  
du 18/11/2005 (sauf capacité >100 hl).



## Cuve inoxydable :

L'acier inoxydable est réglementé au niveau national par l'**arrêté du 13 janvier 1976** qui prévoit des critères de composition mais n'impose pas de déclaration de conformité.



## Cuve plastique :

Les cuves en matière plastique sont réglementées par le **Règlement (UE) n°10/2011** et, pour ce qui concerne les plastiques recyclés, par le Règlement (CE) n°282/2008 du 27 mars 2008.



## Cuve en terre cuite :

Les cuves en terre cuite sont soumises à la réglementation spécifique pour les céramiques :  
→ **Directive n°84/500/CEE** du 15/10/1984 et par l'arrêté du 7 novembre 1985.  
Pour ce type, une déclaration de conformité est obligatoire et doit être conforme aux dispositions de ces textes.



# Mise en œuvre des essais pour l'évaluation de l'aptitude au contact alimentaire

## Test de Migration globale

### Objectif:

- Vérifier la conformité du transfert d'une masse du matériau / contenant vers la boisson alcoolisée

Réglementation : **LMG de 10 mg/dm<sup>2</sup> de matériau ou 60 mg/kg de boissons alcoolisées**

## Tests de restriction de substances spécifiques

### Objectifs:

- Vérifier que les substances utilisées pour la fabrication d'un matériau sont autorisées dans les textes réglementaires spécifiques
- Vérifier le respect des restrictions (**LMS, Q<sub>M</sub> ou Q<sub>MA</sub>...**)

## Recherche et identification de NIAS (substances non intentionnellement ajoutées)

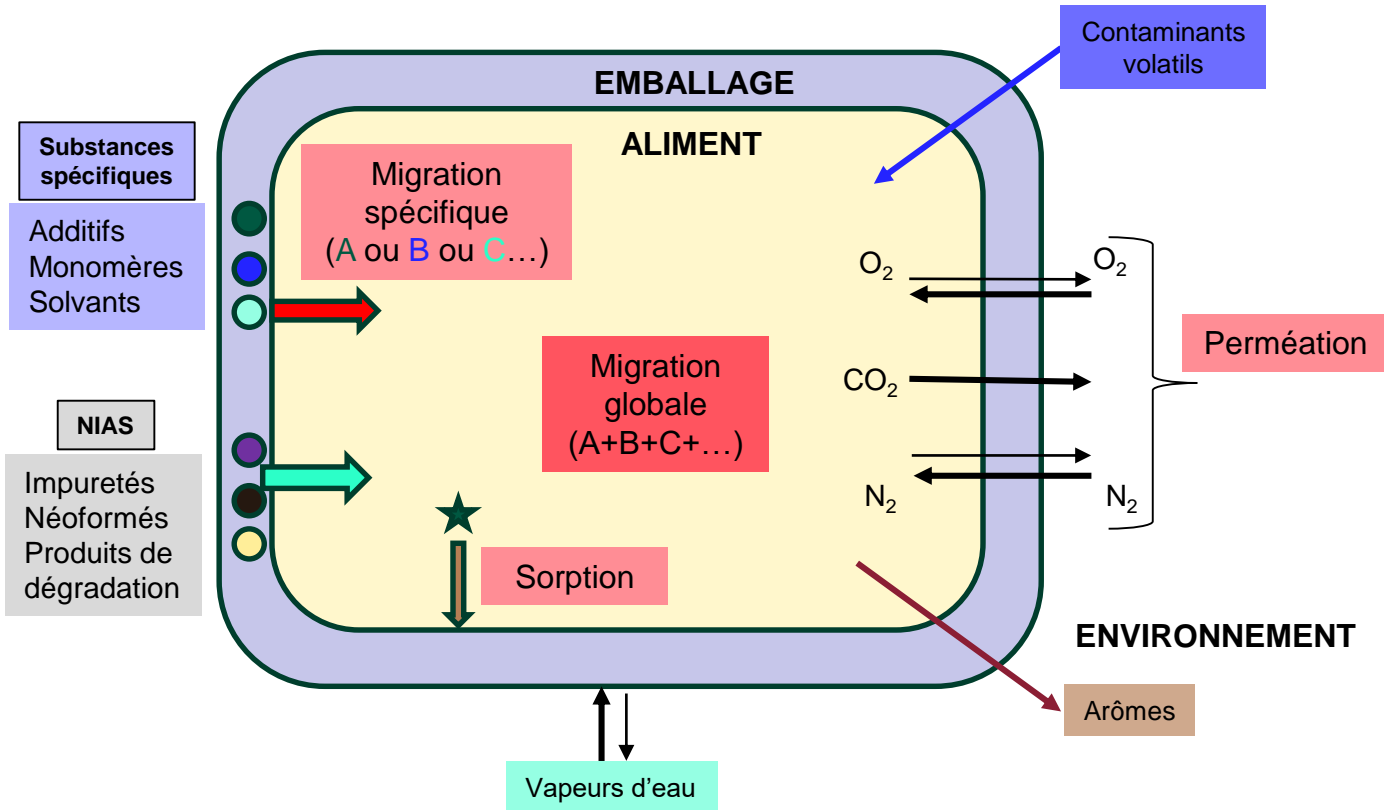
### Objectifs:

- Vérifier que les NIAS ne sont pas présents en des quantités susceptibles de migrer, supérieures aux limites réglementaires ou impactant organoleptiquement

Mise en œuvre des essais  
(NF EN 1186,  
NF EN 13130  
+ R (UE) n°10/2011)

- Type de test : immersion totale, remplissage, cellule
- Type de simulants alimentaires : Ethanol 20%, Ethanol 50%...
- Temps de contact
- Température
- Ratio matériaux / liquide de simulant

# Mise en œuvre des essais pour l'évaluation de l'aptitude au contact alimentaire



# Mise en œuvre des essais pour l'évaluation de l'aptitude au contact alimentaire



- Spectrophotométrie UV:
- Amines aromatiques primaires



- GC/MS:
- Phtalates
- Photoinitiateur
- Solvants résiduels
- Monomères



Thermo Scientific TSQ Endura Triple Quadrupole LC-MS (I)  
with Thermo Scientific Dionex Ultimate 3000 UHPLC (I)

- LC/UV, LC/MS
- Bisphénol A
- Stabilisants
- Antioxydants



- ICP-MS, ICP AES
- Eléments traces métalliques
- Profil minéraux



- LC/MS et GC/MS haute résolution
- recherche des substances non intentionnellement ajoutées (NIAS)

# Exemple des phtalates



PREMIUM COMMUNES FAITS DIVERS COVID 19



FRANCE SPORT ÉCONOMIE ARCHIVES CARNET



BORDEAUX ARCACHON LIBOURNE LA ROCHELLE SAINTES ROYAN COGNAC ANSOULÈME PÉRIGUEUX AGEN PAU BAYONNE BIARRITZ MONT-DE-MARSAN DAX

premium

## Les Chinois font la chasse aux phtalates dans les produits agroalimentaires

Lecture 2 min

A La Une • Vin



Les molécules de phtalates, utilisées dans toutes les matières plastiques, migrent plus facilement quand l'alcool est très présent. C'est le cas du cognac et de l'armagnac. © Châlié photo - PHOTO ARCHIVES S.A.

Par Géverine Joubert et Delphine Fabus  
Publié le 09/03/2013  
Mis à jour à 14h54

S'ABONNER



PREMIUM



Sur Vinho, Tablette et Mobile

- Le journal et ses suppléments
- L'accès aux articles abonnés
- L'édition du soir
- Le duo Abonnés
- Les Formes Longs
- Les Archives depuis 1944

De nouvelles normes ont entraîné des retentions douanières de produits français en Chine. Les vins, cognacs et armagnacs sont très contrôlés

Depuis quelques semaines, à Mégnac, le laboratoire d'oenologie Excel croule sous les demandes de vérification d'échantillons de vins, de cognacs et

ENTREPRISES

## LA CHINE CHERCHE DES POUX DANS LE COGNAC ET BLOQUE LES CONTENEURS À SES FRONTIÈRES



Les douanes chinoises ne badinent pas avec la nouvelle réglementation sur les phtalates et bloquent des conteneurs aux frontières de la Chine. Photo archives Majid Bouzidi

Par Ismaël Karroum, publié le 27 février 2013 à 4h00, modifié le 4 mars 2013.

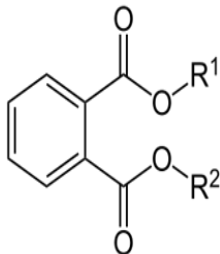
58

Des conteneurs de cognac se retrouvent bloqués aux frontières de la Chine. En cause: la présence de phtalates dans l'eau-de-vie charentaise. Dans les chais et les laboratoires, c'est l'effervescence.

Des conteneurs remplis de cognac échoués sur des quais du port de Shenzhen, au sud de la Chine. D'autres renvoyés sine die en France par les douanes chinoises. Depuis plusieurs semaines, les moteurs de cognac

# Exemple des phtalates - présentation

Phtalates :



- Liquides visqueux, transparents, inodores, volatils à très peu volatils, ayant affinité particulière pour les graisses ou les alcools
- Présents dans de nombreux produits de consommation
  1. **plastifiants des matières plastiques**  
90 % de la production de phtalates est destinée à la fabrication du PVC (polychlorure de vinyle), qui peut en contenir plus de 50 %
  2. **cosmétiques**  
agents fixateurs (vernis à ongles, laques à cheveux, parfums)

Films plastiques, emballages, jouets, revêtements de sol, tuyaux et câbles, matériaux de construction, peintures ou vernis, chaussures, textiles imperméables, cuirs synthétiques, consoles de jeux, encres d'imprimerie, détergents, certains dispositifs médicaux.




# Exemple des phtalates - présentation

## Les phtalates les plus utilisés :

Noms		CAS
benzylbutyl phtalate	BBP	85-68-7
Diisobutyl phtalate	DiBP	84-69-5
Dibutyl phtalate	DBP	84-74-2
di-2-éthylhexyl phtalate	DEHP	117-81-7
di-isononyl phtalate	DINP	28553-12-0
di-isodecyl phtalate	DIDP	26761-40-0
di-éthyl phtalate	DEP	84-66-2
di-cyclohexyl phtalate	DCHP	84-61-7
di-n-octyl phtalate	DNOP	117-84-0
di-méthyl phtalate	DMP	131-11-3

Phtalates évalués :  
 classés substances **CMR**  
 par l'Agence Européenne  
 des Produits Chimiques  
 (ECHA).

 Annexe XIV  
 règlement REACH

# Exemple des phtalates - réglementation

- Non repris dans le **R(CE) 1881/2006** portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires
- Figurent dans **R(UE) 10/2011** concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires

Noms		CAS	LMS * (mg/kg)
benzylbutyle phtalate	BBP	85-68-7	30
dibutyle phtalate	DBP	84-74-2	0.3
di-2-éthylhexyle phtalate	DEHP	117-81-7	1.5
di-isononyle phtalate	DINP	28553-12-0	Σ = 9
di-isodecyle phtalate	DIDP	26761-40-0	

\* LMS : limite de migration spécifique [R(UE) 10/2011]

- Autres réglementation : dispositifs médicaux, jouets et cosmétiques

# Exemple des phtalates – aspects analytiques

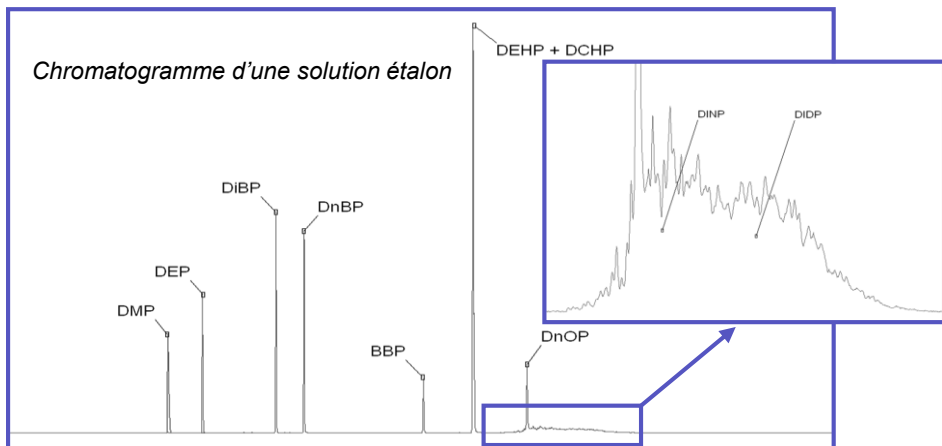


Composés présents partout → risque de contamination

- lors du prélèvement
- dans l'équipement analytique, les solvants, l'air du laboratoire, ...

**À toutes les étapes, éviter le contact avec du plastique**

Analyse par GC-MS<sup>2</sup>  
(chromatographie  
gazeuse couplée à un  
spectromètre de masse)





## Exemple des phtalates – aspects analytiques

Noms		Limite de détection (µg/L)	Limite de quantification (µg/L)
Diméthyle phtalate	<u>DMP</u>	4 (vin) ou 40 (spiritueux)	10 (vin) ou 100 (spiritueux)
Diéthyle phtalate	DEP	4 (vin) ou 40 (spiritueux)	10 (vin) ou 100 (spiritueux)
Diisobutyle phtalate	DiBP	4	10
Dibutyle phtalate	DBP	4	10
benzylbutyle phtalate	BBP	4	10
Dicyclohexyle phtalate	DCHP	4	10
di-2-éthylhexyle phtalate	DEHP	4	10
Di-n-octyle phtalate	DnOP	4	10
di-isononyle phtalate	<u>DINP</u>	20	50
di-isodecyle phtalate	DIDP	20	50
Dibutyle sebaçate	DBS	8	20
di-2-éthylhexyle adipate	DEHA	8	20

# Exemple des phtalates – Interprétation des résultats

Les boissons alcoolisées titrant plus de 20% volume sont « **considérées comme des aliments gras** » dans le cadre du règlement (CE) 10/2011 relatif aux matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Noms		CAS	LMS * (mg/kg)	Contact gras **
benzylbutyle phtalate	BBP	85-68-7	30	<b>oui</b>
dibutyle phtalate	DBP	84-74-2	0.3	<b>non</b>
di-2-éthylhexyle phtalate	DEHP	117-81-7	1.5	<b>non</b>
di-isononyle phtalate	DINP	28553-12-0	Σ = 9	<b>oui</b>
di-isodecyle phtalate	DIDP	26761-40-0		<b>oui</b>

\* LMS : limite de migration spécifique [R(UE) 10/2011]

\*\* cas d'utilisation en tant que plastifiant



Les phtalates **DBP** et **DEHP** ne doivent pas être présents dans les matériaux plastiques mis au contact de ces boissons.

# Exemple des phtalates – Interprétation des résultats

R (CE) n° 178/2002 :

Ce texte stipule que pour être mise sur le marché, une denrée alimentaire ne doit être ni préjudiciable à la santé, ni impropre à la consommation. Ces caractères sont déterminés au cas par cas par l'intermédiaire d'une analyse des risques en lien avec les Doses Journalières Admissibles (DJA).

Noms		CAS	LMS * (mg/kg)	DJT de l'AESA (mg/kg p.c./jour) **	DJA *** (mg/jour)
benzylbutyle phtalate	BBP	85-68-7	30	0.5	30
dibutyle phtalate	DBP	84-74-2	0.3	0.01	0.6
di-2-éthylhexyle phtalate	DEHP	117-81-7	1.5	0.05	3
di-isononyle phtalate	DINP	28553-12-0	Σ = 9	0.15	9
di-isodecyle phtalate	DIDP	26761-40-0		0.15	9

\* **LMS** : limite de migration spécifique [R(UE) 10/2011]

\*\* **DJT** (Dose Journalière Tolérable), **AESA** (Agence Européenne de Sécurité Alimentaire), **mg/kg p.c./jour** (mg/kg p.c./jour)

\*\*\* **DJA** : Dose Journalière Admissible pour un adulte de 60 kg

# Exemple des phtalates – Interprétation des résultats

Présence de phtalate?

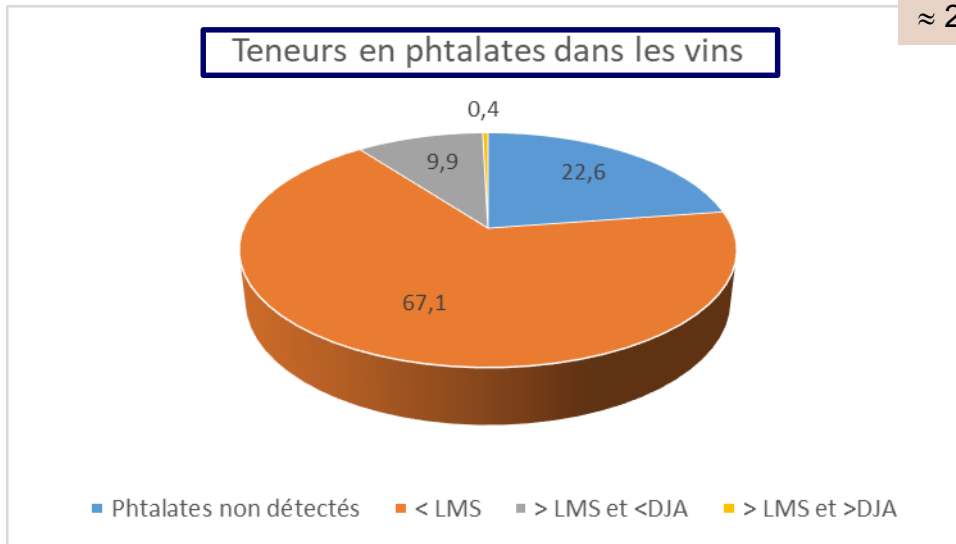
Si oui, est-on supérieur à la LMS ?

Si oui, déterminer l'apport journalier à partir d'une consommation journalière moyenne (données ANSES)

**Si l'apport journalier (AJ) ne dépasse pas la DJA** : le vin peut être mis sur le marché mais les phtalates constituent un danger « à surveiller et maîtriser » dans la cave. Le producteur doit rechercher les sources de contamination et prendre des mesures adaptées sur les matériels incriminés.

**Si l'apport journalier (AJ) dépasse la DJA** : le vin ne peut pas être mis sur le marché.

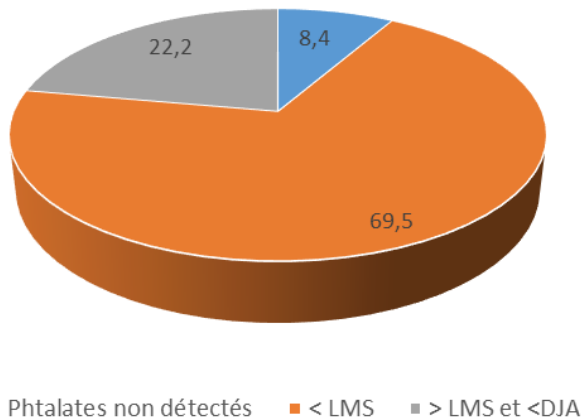
Période 2013-2021  
≈ 250 échantillons



77 % des vins contaminés par des phtalates (surtout DBP et un peu de BBP)

Période 2013-2021  
≈ 310 échantillons

### Teneur en phtalates dans les spiritueux



+ de 90% des spiritueux contaminés par des phtalates  
(DBP, DEHP, DIBP, BBP, DINP, DIDP, DEHA et DBS (DMP, DEP))

