

---

---

**Émaux vitrifiés — Émission de plomb et de  
cadmium d'articles émaillés en contact  
avec les aliments —**

**Partie 1:  
Méthode d'essai**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Vitreous and porcelain enamels — Release of lead and cadmium from  
enamelled ware in contact with food —*

*Part 1: Method of test*

[ISO 4531-1:1998](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1da1bd9-c057-4399-98f5-312ac85b09c3/iso-4531-1-1998>



## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4531-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, sous-comité SC 6, *Émaux vitrifiés*.

L'ISO 4531 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Émaux vitrifiés — Émission de plomb et de cadmium d'articles émaillés en contact avec les aliments*:

— *Partie 1: Méthode d'essai*

— *Partie 2: Limites admissibles*

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 4531-1:1998  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1da1bd9-c057-4399-98f5-312ac85b09c3/iso-4531-1-1998>

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## Introduction

Le problème de l'émission de plomb et de cadmium par les articles émaillés exige des moyens de contrôle efficaces en vue d'assurer la protection des populations contre les dangers éventuels dus à l'utilisation d'émaux et/ou de décorations mal formulés, appliqués ou cuits, sur les surfaces en contact avec les aliments des articles émaillés employés pour la préparation, le service et la conservation des denrées alimentaires.

NOTE Les articles dont les surfaces en contact avec les aliments sont très colorées ou décorées ou qui ont un rapport surface/volume élevé sont plus susceptibles que d'autres d'émettre du plomb et/ou du cadmium.

D'autre part, différentes exigences d'un pays à un autre pour le contrôle de l'émission des matières toxiques des surfaces d'articles émaillés constituent un obstacle non tarifaire au commerce international de ces produits. Il importe donc d'établir des méthodes d'essai reconnues sur le plan international permettant de déterminer l'émission de plomb et de cadmium des articles émaillés.

Un groupe d'experts, convoqué par l'Organisation mondiale de la santé (OMS), s'est réuni à Genève en juin 1976, a recommandé l'adoption de procédures d'échantillonnage, de méthodes d'essai et de limites relatives à l'émission des matières toxiques des articles en céramique [6]. L'OMS a tenu une autre réunion en novembre 1979 [7].

La méthode d'essai spécifiée dans la présente partie de l'ISO 4531 est basée sur les recommandations de l'OMS, car il a été entendu, au cours de la réunion de l'OMS, que le terme «céramique» comprenait les céramiques, le verre, les émaux vitrifiés et les vitrocéramiques. La description de la méthode d'essai se conforme dans une large mesure à l'EN 1388-2, traitant de la détermination de l'émission de plomb et de cadmium des surfaces silicatées autres que les articles céramiques.

La quantité de plomb et de cadmium déterminée par la méthode d'essai spécifiée dans la présente Norme internationale ne sera pas inférieure, et dans la plupart des cas sera supérieure, aux quantités émises par les denrées alimentaires et les boissons acides au cours d'une période déterminée [8]. Si les recommandations de l'OMS venaient à inclure l'essai à chaud, la présente partie de l'ISO 4531 devrait alors être soumise à révision.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4531-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1da1bd9-c057-4399-98f5-312ac85b09c3/iso-4531-1-1998>

# Émaux vitrifiés — Émission de plomb et de cadmium d'articles émaillés en contact avec les aliments —

## Partie 1: Méthode d'essai

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4531 spécifie une méthode d'essai de simulation pour la détermination de l'émission de plomb et de cadmium par les articles émaillés destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires (y compris les boissons).

Elle est applicable aux articles émaillés, y compris aux réservoirs et récipients destinés à la préparation, le service et la conservation des denrées alimentaires.

Elle est applicable aux articles émaillés, y compris aux réservoirs et récipients qui peuvent être utilisés pour la préparation, le service et la conservation des denrées alimentaires.

Elle spécifie également une méthode d'essai permettant de déterminer l'émission de plomb et/ou de cadmium d'un rebord en contact avec les lèvres.

Elle ne s'applique pas aux articles en céramique, en verre et en vitrocéramique.

### 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 4531. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 4531 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 385-2, *Verrerie de laboratoire — Burettes— Partie 2: Burettes sans temps d'attente.*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 2723, *Émaux vitrifiés pour tôle d'acier — Fabrication des échantillons pour essai.*

ISO 2724, *Émaux vitrifiés pour fonte — Fabrication des échantillons pour essai.*

ISO 3585, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés.*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4531-2, *Émaux vitrifiés — Articles émaillés en contact avec les aliments — Émission de plomb et de cadmium — Partie 2: Limites admissibles.*

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 4531, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **émail vitrifié**

substance résultant de la fusion ou du frittage de composants inorganiques de manière à former une matière vitreuse cuite, ou susceptible d'être cuite, en une ou plusieurs couches sur une base métallique

#### 3.2

##### **article émaillé**

article métallique revêtu d'émail vitrifié

#### 3.3

##### **vaisselle**

ensemble d'articles destinés à être utilisés pour la préparation, la cuisson, le service et la conservation des aliments ou boissons, y compris les réservoirs et récipients

#### 3.4

##### **vaisselle plate**

ensemble d'articles qui ne peuvent être remplis et articles qui peuvent être remplis dont la profondeur interne mesurée entre le point le plus bas et le plan horizontal passant par le bord supérieur ne dépasse pas 25 mm

NOTE La vaisselle plate comprend également les éprouvettes utilisées pour l'essai des chauffe-eau, conteneurs et équipements en émail vitrifié. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1da1bd9-c057-4399-98f5-312ac85b09c3/iso-4531-1-1998>

#### 3.5

##### **vaisselle creuse**

articles qui peuvent être remplis dont la profondeur interne mesurée entre le point le plus bas et le plan horizontal passant par le bord supérieur dépasse 25 mm, excepté les articles de vaisselle creuse ayant une capacité supérieure à 3 litres, qui sont classés parmi les récipients de stockage. Les ustensiles de cuisine tels que casseroles, poêlons et bouilloires sont des exemples de vaisselle creuse

#### 3.6

##### **vaisselle pour cuire**

vaisselle spécifiquement conçue pour être chauffée au cours de la préparation des boissons et aliments cuits à la vapeur, par ébullition, à l'étouffée, au four, au micro-ondes, braisés ou rôtis, par exemple: cocottes, plats allant au four, moules à soufflé, cafetières à pression et casseroles

#### 3.7

##### **récipient de stockage**

##### **réservoir**

articles ayant une capacité de 3 litres ou plus

#### 3.8

##### **rebord en contact avec les lèvres**

partie de la surface extérieure d'un récipient utilisé pour boire, mesurant 20 mm de largeur, mesurés vers le bas à partir du bord supérieur le long de la paroi du récipient.

#### 3.9

##### **solution d'essai**

solution utilisée pour extraire le plomb et le cadmium des surfaces silicatées

**3.10****solution d'extraction**

solution acide aqueuse obtenue après avoir exposé une surface silicatée à la solution d'essai

**3.11****solution de mesure de l'échantillon**

solution utilisée pour mesurer la concentration de l'élément à doser, qui peut être la solution d'extraction ou la solution d'extraction diluée de manière appropriée

**3.12****élément à doser**

élément ou constituant à déterminer

**3.13****solution mère**

solution de composition appropriée ayant une concentration déterminée et élevée en l'élément à doser

**3.14****solution étalon**

solution ayant une concentration déterminée en l'élément à doser, permettant de préparer les solutions d'étalonnage

**3.15****gamme d'étalonnage**

série de solutions d'étalonnage simples ou synthétiques dont chacune constitue un des termes de la gamme

NOTE Le terme zéro est en principe la solution de concentration nulle en l'élément à doser.

**3.16****spectrométrie d'absorption atomique****SAA**

méthode de dosage d'éléments chimiques fondée sur le mesurage de l'absorption de radiations photoniques spécifiques par des atomes en phase vapeur

**3.17****domaine de mesure optimal**

gamme des concentrations de l'élément à doser en solution sur laquelle le rapport entre l'absorption et la concentration est linéaire, ou suffisamment proche de la linéarité pour que tout écart par rapport à la limite prescrite pour la concentration n'affecte pas de manière sensible un dosage analytique quelconque

**3.18****méthode directe de dosage****technique de la courbe analytique**

méthode qui consiste à reporter la valeur mesurée pour l'élément à doser dans la fonction analytique, et à en déduire la concentration

**3.19****fonction analytique****fonction d'étalonnage**

fonction reliant la valeur de la concentration à la valeur caractéristique, obtenue à partir d'une gamme d'étalonnage

NOTE Le graphe de cette fonction est appelé «courbe analytique» (graphe d'étalonnage).

**3.20****méthode par encadrement**

méthode qui consiste à encadrer l'absorbance ou l'intensité mesurée sur la solution de dosage par deux mesurages effectués à partir de solutions d'étalonnage de concentrations voisines

## 4 Principe

Les surfaces émaillées sont mises en contact avec une solution d'acide acétique à 4 % (V/V) pendant 24 h à 22 °C pour extraire le plomb et/ou le cadmium, s'il y en a, de la surface des articles ou éprouvettes.

Les proportions de plomb et de cadmium extraits sont déterminées par la technique de la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF).

NOTE Pour les essais de routine, d'autres méthodes analytiques équivalentes peuvent être utilisées.

## 5 Réactifs

Au cours de l'essai, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente (eau de qualité 3 conforme aux prescriptions de l'ISO 3696).

Il est permis de préparer des quantités plus importantes de solution d'essai et de solutions analytiques que celles spécifiées dans les articles suivants.

**5.1 Acide acétique** (CH<sub>3</sub>COOH), cristallisable, de masse volumique  $\rho = 1,05$  g/ml.

**5.2 Solution d'essai**, consistant en une solution d'acide acétique à 4 % (V/V).

Ajouter 40 ml  $\pm$  1 ml d'acide acétique cristallisable (5.1) à 500 ml d'eau en utilisant une éprouvette graduée cylindrique (6.7) et compléter à 1 litre. Préparer la solution d'essai juste avant l'emploi, en quantité suffisante de manière à pouvoir réaliser l'ensemble des essais et analyses.

**5.3 Solutions mères analytiques**

**5.3.1 Solution mère de plomb**, contenant 1 g de plomb par litre.

Préparer une solution mère analytique contenant 1 000 mg  $\pm$  1 mg de plomb par litre de solution d'essai (5.2).

En variante, il est possible d'utiliser des solutions de plomb appropriées et disponibles dans le commerce, à condition que leur concentration en plomb soit connue avec une exactitude équivalente.

1 ml de solution mère  $\hat{=}$  1 mg de plomb.

**5.3.2 Solution mère de cadmium**, contenant 1 g de cadmium par litre.

Préparer une solution mère analytique contenant 1 000 mg  $\pm$  1 mg de cadmium par litre de solution d'essai (5.2).

En variante, il est possible d'utiliser des solutions de cadmium appropriées et disponibles dans le commerce, à condition que leur concentration en cadmium soit connue avec une exactitude équivalente.

1 ml de solution mère  $\hat{=}$  1 mg de cadmium.

**5.4 Solutions étalons analytiques**

**5.4.1 Solution étalon de plomb**, contenant 0,1 g de plomb par litre.

Introduire 10 ml de solution mère de plomb (5.3.1) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3) au moyen d'une pipette à un trait (6.4). Compléter jusqu'au trait avec la solution d'essai (5.2) et bien mélanger. Renouveler cette solution toutes les quatre semaines.

1 ml de cette solution étalon  $\hat{=}$  0,1 mg de plomb.



Utiliser cette solution pour préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage par dilution avec la solution d'essai (5.2) au moyen de la burette (6.5), et les conserver dans des conteneurs appropriés et préparés à cet effet. Renouveler ces solutions toutes les quatre semaines. Il est également permis d'utiliser directement la solution mère pour préparer les solutions d'étalonnage de plomb en utilisant des pipettes en verre à un trait ou des jaugeurs de précision à piston à course fixe ainsi que des fioles d'une capacité de 500 ml ou 2 000 ml.

#### 5.4.2 Solution étalon de cadmium, contenant 0,01 g de cadmium par litre.

Introduire 1 ml de solution mère de cadmium (5.3.2) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.3) au moyen d'une pipette à un trait (6.4). Compléter jusqu'au trait avec la solution d'essai (5.2) et bien mélanger. Renouveler cette solution toutes les quatre semaines.

1 ml de cette solution étalon  $\hat{=}$  0,01 mg de cadmium.

Utiliser cette solution pour préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage par dilution avec la solution d'essai (5.2), au moyen de la burette (6.5). Conserver les solutions d'étalonnage dans des récipients appropriés et préparés. Renouveler ces solutions toutes les quatre semaines. Il est également permis de préparer les solutions de cadmium directement à partir de la solution mère, en utilisant des pipettes en verre à un trait ou des jaugeurs de précision à piston à course fixe ainsi que des fioles d'une capacité de 500 ml ou 2 000 ml.

#### 5.5 Cire de paraffine, à point de solidification élevé.

NOTE La cire appropriée est spécifiée, par exemple, dans la Pharmacopée Européenne.

5.6 Agent de lavage, consistant en un détergent utilisé pour laver la vaisselle à la main disponible dans le commerce, non acide et dilué de façon habituelle.

5.7 Matériau d'étanchéité aux silicones, en tube ou contenu dans un distributeur, permettant de former un ruban de matériau d'étanchéité aux silicones d'environ 6 mm de diamètre.

ISO 4531-1:1998

## 6 Appareillage <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1da1bd9-c057-4399-98f5-312ac85b09c3/iso-4531-1-1998>

Au cours de l'essai, utiliser uniquement de la verrerie de laboratoire satisfaisant aux prescriptions des Normes internationales ou européennes appropriées, s'il en existe, et faite en verre borosilicaté tel que spécifié dans l'ISO 3585.

6.1 Spectromètre d'absorption atomique dans la flamme, ayant une limite de détection au moins égale à 0,1 mg/l de Pb [dans une solution d'acide acétique à 4 % (V/V)] et à 0,01 mg/l de Cd [dans une solution d'acide acétique à 4 % (V/V)], cette limite étant la concentration de l'élément à doser pour laquelle l'absorbance est égale à trois fois l'écart-type du bruit de fond du système.

NOTE Le bruit de fond du système peut être déduit, soit à partir d'une série de mesurages de l'absorbance réalisés avec une solution contenant du plomb ou du cadmium à une concentration nettement détectable au-dessus, mais proche de la composition des solutions de tarage, soit directement au moyen de spectromètres d'absorption atomique dans la flamme appropriés mesurant l'absorbance d'une solution de tarage.

#### 6.2 Sources de raies pour le plomb et le cadmium.

6.3 Fioles jaugées à un trait, de capacités 100 ml et 1 000 ml, satisfaisant aux prescriptions spécifiées pour des fioles jaugées à un trait de la classe B ou meilleures dans l'ISO 1042. Il peut également s'avérer nécessaire d'utiliser de telles fioles mais de dimensions différentes.

6.4 Pipettes à un trait, de capacités 10 ml et 100 ml, satisfaisant aux prescriptions spécifiées pour les pipettes à un trait de la classe B ou meilleure dans l'ISO 648. Il peut également s'avérer nécessaire d'utiliser de telles pipettes mais de dimensions différentes.