

---

Norme internationale



8391/1

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

**Articles de cuisson en céramique en contact avec les  
aliments — Émission de plomb et de cadmium —  
Partie 1 : Méthode d'essai**

*Ceramic cookware in contact with food — Release of lead and cadmium — Part 1 : Method of test*

Première édition — 1986-12-01

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

ISO 8391-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-85881cff0a4d/iso-8391-1-1986>

---

**CDU 642.72 : 666.5 : 614.3**

**Réf. n° : ISO 8391/1-1986 (F)**

**Descripteurs** : contact aliment-contenant, céramique, ustensile de cuisine, essai, dosage, produit en solution, plomb, cadmium.

## 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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8391/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 166, *Articles en céramique, en verre et en céramique vitreuse, en contact avec les denrées alimentaires*.

[ISO 8391-1:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-4338751ba4d8/iso-8391-1-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-4338751ba4d8/iso-8391-1-1986>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Articles de cuisson en céramique en contact avec les aliments — Émission de plomb et de cadmium — Partie 1 : Méthode d'essai

## 0 Introduction

Les problèmes d'émission de plomb et de cadmium par les articles de cuisson requièrent des moyens de contrôle efficaces, afin de garantir la protection de la population contre des risques éventuels pour sa santé. Ces risques surviennent lorsque des vernis mal formulés, appliqués ou cuits sont appliqués aux articles de cuisson. Les articles de cuisson posent des problèmes particuliers, car leurs conditions normales d'utilisation (cuisson d'aliments acides pendant de longues durées) favorisent le passage de plomb et de cadmium solubles dans les aliments.

D'autre part, les différentes normes concernant les articles de cuisson qui existent d'un pays à l'autre constituent un obstacle non tarifaire au commerce international. Il importe donc d'établir, au niveau international, des méthodes d'essai pour déterminer l'émission de plomb et de cadmium des articles de cuisson et de fixer les limites admissibles pour l'émission de ces métaux toxiques.

Un groupe d'experts, convoqué par l'Organisation mondiale de la santé (OMS), s'est réuni (avec la participation de l'ISO) à Genève en novembre 1979 et a recommandé des limites pour l'émission de matières toxiques par les articles de cuisson en céramique, en proposant une méthode d'essai à chaud. Par ailleurs, les participants ont proposé un complément d'étude de la méthode, afin de déterminer sa répétabilité et sa reproductibilité. La méthode spécifiée dans la présente partie de l'ISO 8391 s'appuie sur les recommandations de l'OMS et les études ultérieures menées conjointement par 14 laboratoires aux USA, en Europe et au Japon.

L'ISO 8391 comprend deux parties :

- Partie 1 : Méthodes d'essai.
- Partie 2 : Limites admissibles.

## 1 Objet

La présente partie de l'ISO 8391 spécifie une méthode d'essai pour l'émission de plomb et de cadmium par les articles de cuisson en céramique destinés à être en contact avec des aliments.

## 2 Domaine d'application

Cette partie de l'ISO 8391 est applicable aux articles de cuisson en céramique destinés à la préparation d'aliments par cuisson.

## 3 Références

ISO 3585, *Appareillage, tuyauteries et raccords en verre — Propriétés du verre borosilicaté 3.3.*

ISO 6955, *Méthode d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire.*

## 4 Définitions

Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 8391, les définitions suivantes sont applicables.

**4.1 article de cuisson en céramique** : Article en céramique destiné à être chauffé pour la préparation d'aliments, par exemple la vaisselle en porcelaine, en faïence fine et en terre cuite, mais non les articles en verre, en verre céramique ou émaillés.

**4.2 solution d'extraction** : Solvant utilisé lors de l'essai pour extraire le plomb et le cadmium des articles de cuisson.

## 5 Principe

Extraction du plomb et du cadmium de la surface des articles de cuisson, qui est normalement au contact des aliments et de la vapeur que ceux-ci dégagent pendant la cuisson, au moyen d'une solution chaude d'acide acétique.

## 6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Sauf indications différentes, de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée au cours de l'essai.

**6.1 Acide acétique** ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), cristallisable,  $\rho = 1,05$  g/ml.

Conserver ce réactif à l'obscurité.

**6.2 Solution d'essai: acide acétique**, solution à 4 % (V/V).

Ajouter 40 ml de l'acide acétique cristallisable (6.1) à de l'eau, et compléter à 1 000 ml.

Cette solution doit être préparée au moment de l'emploi.

### 6.3 Solutions étalons mères.

Préparer des solutions étalons mères contenant 1 000 mg de plomb par litre et au moins 500 mg de cadmium par litre dans la solution d'acide acétique (6.2) ou dans une solution d'acide nitrique à 2 % (V/V).

En variante, des solutions étalons de plomb et de cadmium pour AAS, appropriées et disponibles commercialement, peuvent être utilisées.

## 7 Appareillage

La verrerie de laboratoire doit être conforme aux exigences des Normes internationales correspondantes, lorsqu'elles existent. Elle doit être fabriquée en verre borosilicaté, comme spécifié dans l'ISO 3585.

Matériel courant de laboratoire, et

**Spectromètre d'absorption atomique**, ayant une sensibilité minimale de 0,50 mg de plomb par litre pour une absorption de 1 % et une sensibilité minimale de 0,05 mg de cadmium par litre pour une absorption de 1 %. Il doit fonctionner conformément aux instructions du fabricant. Un lecteur de concentration numérique (DCR) est facultatif, mais utile pour une analyse rapide.

## 8 Échantillonnage

### 8.1 Grandeur de l'échantillon

Il convient d'établir un système de contrôle adapté aux circonstances. S'ils sont disponibles, six articles doivent être soumis à l'essai. Les articles doivent être identiques du point de vue des dimensions, de la forme, de la couleur et de la décoration.

### 8.2 Préparation et conservation des échantillons pour essai

Les échantillons d'articles de cuisson doivent être propres et dépourvus de graisse ou autre matière susceptible d'affecter l'essai.

Laver rapidement les échantillons avec une solution contenant un détergent non acide, à une température d'environ 40 °C. Rincer tout d'abord à l'eau courante, puis à l'eau distillée ou de pureté équivalente. Égoutter, et sécher soit dans une étuve de séchage, soit en l'essuyant avec du papier filtre neuf afin d'éviter la formation de taches. Ne plus manipuler la surface à soumettre à l'essai après qu'elle aura été nettoyée.

## 9 Mode opératoire

### 9.1 Volume de remplissage

Déterminer le volume effectif de l'échantillon en mesurant le volume d'eau nécessaire pour remplir chaque récipient jusqu'au

bord. Remplir chaque récipient (nettoyé comme indiqué en 8.2) aux deux tiers de son volume effectif d'eau. Couvrir alors les récipients avec leur couvercle respectif. Si les articles de cuisson soumis à l'essai n'ont pas de couvercle, les couvrir d'une plaque de verre opaque exempte de plomb (ou d'un autre couvercle approprié) afin d'empêcher l'évaporation et l'exposition à la lumière de la surface soumise à l'essai.

### 9.2 Extraction

Placer chaque récipient sur une plaque chaude et porter l'eau à une légère ébullition, moment auquel on ajoutera suffisamment d'acide acétique cristallisable (6.1) pour obtenir une solution d'acide acétique à 4 % (V/V)

L'équation suivante permet de calculer le volume,  $V_a$ , d'acide acétique nécessaire :

$$V_a = 0,041 V_w$$

où  $V_w$  est le volume d'eau dans le récipient de cuisson.

Lorsque les récipients disposent de leur propre élément chauffant, utiliser celui-ci pour maintenir la température à une légère ébullition. Si l'élément chauffant produit une ébullition vigoureuse, on peut utiliser un Variac<sup>1)</sup> (ou un dispositif similaire) pour modérer la température. Si le corps chauffant ne produit pas suffisamment de chaleur pour faire frémir le solvant, utiliser la température la plus élevée que peut délivrer le corps chauffant. Maintenir une ébullition modérée ou la chaleur maximale, selon le cas, pendant 2 h à partir de l'adjonction d'acide acétique.

Si une perte de solvant survient au cours des 2 h de chauffage (ce qui peut se produire avec les théières par exemple), compenser la perte par de la solution d'acide acétique (6.2) préchauffée, pour maintenir le niveau de la solution aux deux tiers du volume effectif du récipient. Au terme des 2 h de chauffage, retirer promptement la source de chaleur.

### 9.3 Prélèvement de la solution d'extraction en vue de l'analyse

Avant de prélever la solution d'extraction pour le dosage du plomb et/ou du cadmium, homogénéiser la solution d'extraction de chaque échantillon selon une méthode appropriée qui évite toute perte de solution d'extraction ou abrasion éventuelle de la surface en essai (par exemple, en utilisant une pipette, soutirer et laisser s'écouler la solution d'extraction sur et dans l'échantillon à plusieurs reprises). Ne pas diluer la solution d'extraction (par exemple, en rinçant l'échantillon). Transvaser la solution d'extraction dans un récipient de stockage convenable en verre borosilicaté. Il n'est pas nécessaire de transvaser quantitativement la solution d'extraction.

Si la teneur en plomb de la solution d'extraction est supérieure à 20 mg/l, prélever une partie aliquote convenable et la diluer avec la solution d'essai (6.2) de façon à réduire la concentration à moins de 20 mg/l.

1) Variac est une appellation commerciale d'un appareil diffusé sur le marché. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 8391 et ne signifie pas que l'ISO approuve cet appareil.

Analyser la solution d'extraction dès que possible quand celle-ci atteint la température ambiante, car les parois du récipient risquent d'absorber du plomb et du cadmium, particulièrement lorsque ces métaux sont présents à de faibles concentrations.

## 9.4 Étalonnage

Établir et normaliser soigneusement les techniques de manipulation de l'appareil afin de pouvoir l'utiliser à sa sensibilité maximale, car le dosage de plomb présent à des concentrations aussi faibles que 0,50 mg/l ou de cadmium présent à des concentrations aussi faibles que 0,05 mg/l exige tout le potentiel de la plupart des appareils (faibles niveaux de bruit).

Préparer des solutions témoins en diluant les solutions étalons mères (6.3) avec de la solution d'essai (6.2), et utiliser la technique d'encadrement ou tracer une courbe d'étalonnage en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les absorbances des solutions témoins et, sur l'axe des ordonnées, les teneurs correspondantes en plomb ou en cadmium, en milligrammes par litre.

Effectuer un essai à blanc sur les réactifs utilisés pour chaque série de dosages. La solution d'essai à blanc sert de terme zéro pour l'étalonnage si la technique de la courbe d'étalonnage est utilisée.

En variante, des solutions témoins plus concentrées peuvent être utilisées.

Des considérations analogues s'appliquent au dosage du cadmium.

Déterminer les teneurs en plomb et en cadmium de la solution d'extraction par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, en utilisant le mode opératoire spécifié par le fabricant de l'appareil.

## 10 Expression des résultats

### 10.1 Technique d'encadrement (voir ISO 6955)

La teneur en plomb ou en cadmium,  $c_0$ , exprimée en milligrammes par litre de solution d'extraction, est donnée par la formule

$$\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \times (c_2 - c_1) + c_1$$

où

$A_0$  est l'absorbance correspondant au plomb ou au cadmium présent dans la solution d'extraction;

$A_1$  est l'absorbance correspondant au plomb ou au cadmium présent dans la solution d'encadrement moins concentrée;

$A_2$  est l'absorbance correspondant au plomb ou au cadmium présent dans la solution d'encadrement plus concentrée;

$c_1$  est la teneur en plomb ou en cadmium, exprimée en milligrammes par litre, de la solution d'encadrement moins concentrée;

$c_2$  est la teneur en plomb ou en cadmium, exprimée en milligrammes par litre, de la solution d'encadrement plus concentrée.

NOTE — Si la solution d'extraction a été diluée (voir 9.4), un facteur de correction approprié doit être utilisé dans la formule.

## 10.2 Technique de la courbe d'étalonnage

Lire la teneur en plomb ou en cadmium directement sur la courbe d'étalonnage ou sur le dispositif de lecture directe.

## 10.3 Notation

Noter les résultats à 0,1 mg de plomb et à 0,01 mg de cadmium près par litre.

## 11 Fidélité

Tableau 1)

Intervalle ou quantité (mg/l)	Répétabilité, $r$	Reproductibilité, $R$
Plomb $0,48 < c_{Pb} < 1,93$	0,69	1,63
Cadmium $0 < c_{Cd} < 0,10$	0,01	0,01

1) Les données de précision ont été obtenues lors d'une étude comparative menée en 1981 par l'US Food and Drug Administration. Cette étude a été confiée à 14 laboratoires aux USA, à Porto-Rico, au Japon, en République fédérale d'Allemagne, en Israël, en Angleterre, en Irlande, au Canada et aux Pays-Bas. Il s'est avéré que les échantillons soumis à l'essai contenaient une quantité moyenne de plomb de 0,1 mg/l. On n'a pas relevé de cadmium.

### 11.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats individuels constatée sur des échantillons identiques par un analyste utilisant le même appareillage dans un bref intervalle de temps ne dépassera pas la répétabilité donnée dans le tableau en moyenne plus d'une fois sur 20, dans le cadre d'une application normale et correcte de la méthode.

### 11.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats individuels et indépendants constatée par deux opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur des échantillons identiques ne dépassera pas la reproductibilité donnée dans le tableau en moyenne plus d'une fois sur 20, dans le cadre d'une application normale et correcte de la méthode.

## 12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la présente partie de l'ISO 8391;
- identification de l'échantillon;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente partie de l'ISO 8391, ou de toutes opérations facultatives.

## Bibliographie

- [1] *Proceedings, International Conference on Ceramic Foodware Safety*, Lead Industries Association Inc., New York, NY, 1975, pp. 8-17.
- [2] *Evaluation of Mercury, Lead, Cadmium and the Food Additives Amaranth, Diethylpyrocarbonate, and Octyl Gallate*, WHO Food Additives Series No. 4, 1972, Genève, OMS, 84 pp.
- [3] Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. *Evaluation of Certain Food Additives and the Contaminants : Mercury, Lead and Cadmium*, WHO Technical Report Series No. 505, Genève, OMS, 1972, 32 pp.
- [4] Ceramic Foodware Safety, Sampling, Analysis and Results for Release. WHO/Food Additives 77.44 (Report of a WHO Meeting, Genève, 1976-06-08 à 10).
- [5] GOULD, J.H., BUTLER, S.W., BOYER, K.W and STEELE, E.A. (US Food and Drug Administration). Hot leaching of ceramic and enameled ware : A collaborative study, *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **66** (3) 1983 : 000-000.

---

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

ISO 8391-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-85881cff0a4d/iso-8391-1-1986>

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

ISO 8391-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-85881cff0a4d/iso-8391-1-1986>

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

ISO 8391-1:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe60af2e-9115-4596-9b7e-85881cff0a4d/iso-8391-1-1986>