

---

---

**Émaux vitrifiés — Libération depuis  
les articles émaillés en contact avec  
les aliments — Méthode d'essai et  
limites**

*Vitreous and porcelain enamels — Release from enamelled articles in  
contact with food — Methods of test and limits*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4531:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1100dceb-4e34-45a8-bf5f-c682bce8fb3e/iso-4531-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4531:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1100dceb-4e34-45a8-bf5f-c682bce8fb3e/iso-4531-2022>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Échantillons</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Préparation des échantillons</b> .....	<b>4</b>
<b>9</b> <b>Conditions d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>4</b>
10.1    Essai de libération .....	4
10.1.1    Appareillage de laboratoire d'essai de libération .....	4
10.1.2    Libération depuis les articles émaillés .....	5
10.2    Échantillonnage de la solution d'essai de libération pour analyse (solution de mesure de l'échantillon) .....	6
<b>11</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>6</b>
11.1    Rapport .....	6
11.2    Rapport d'essai .....	7
<b>Annexe A (informative) Explications concernant les limites de libération</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique CEN/TC 262, *Revêtements métalliques et inorganiques, incluant ceux pour la protection contre la corrosion et les essais de corrosion des métaux et alliages*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec le comité technique ISO/TC 107, *Revêtements métalliques et autres revêtements inorganiques*, de l'ISO, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4531:2018), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- mise à jour de la limite de libération pour l'aluminium et des explications concernant cette dernière;
- mise à jour de la Bibliographie;
- ajout de l'exigence selon laquelle les essais doivent être effectués le même jour;
- mise à jour des exigences relatives aux rapports d'essais.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

La libération d'ions métalliques depuis les articles émaillés requiert des moyens de contrôle efficaces en vue de garantir la protection contre les dangers éventuels dus à l'utilisation d'émaux et/ou de décorations inorganiques mal formulés, appliqués et cuits sur les surfaces en contact avec les denrées alimentaires des articles émaillés employés pour la préparation, la cuisson, le service et la conservation des denrées alimentaires.

D'autre part, les différentes exigences existant d'un pays à un autre concernant le contrôle de la libération d'ions depuis les 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 la libération d'ions métalliques depuis les articles émaillés.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4531:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1100dceb-4e34-45a8-bf5f-c682bce8fb3e/iso-4531-2022>



# Émaux vitrifiés — Libération depuis les articles émaillés en contact avec les aliments — Méthode d'essai et limites

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai de simulation pour la détermination de la libération d'ions métalliques depuis les articles émaillés destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Le présent document spécifie également les limites relatives à la libération d'ions métalliques depuis les articles émaillés destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Le présent document est applicable aux articles émaillés, y compris réservoirs et récipients, destinés à la préparation, à la cuisson, au service et à la conservation des denrées alimentaires.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

ISO 3585, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés*

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

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

ISO 28764, *Émaux vitrifiés — Production d'éprouvettes pour l'essai des émaux sur la tôle d'acier, la tôle d'aluminium et la fonte*

## 3 Termes et définitions

Le présent document ne contient pas de liste de termes et définitions.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

Pour la libération d'ions métalliques, le cas échéant, depuis la surface des articles ou des éprouvettes, une fraction massique de 3 % (masse volumique) d'une solution d'acide acétique doit être utilisée. Trois essais de libération consécutifs doivent être réalisés le même jour avec le même échantillon; une solution d'essai fraîche doit être utilisée pour chaque essai. Les deux premières solutions d'essai de libération (M1, M2) sont rejetées. Seule la troisième solution d'essai de libération (M3) doit être utilisée pour l'analyse. Un essai à blanc (B1, B2, B3) est requis pour chaque essai de libération; seule la troisième solution d'essai de libération obtenue (B3) doit être utilisée pour l'analyse.

## 5 Réactifs

Durant l'essai, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3, respectant les exigences correspondantes de l'ISO 3696, distillée ou de pureté équivalente.

Il est permis de préparer des quantités de solution d'essai et de solutions analytiques en plus grandes proportions que celles spécifiées en 5.2.

**5.1 Acide acétique**, ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), concentré, de masse volumique  $\rho = 1,05$  g/ml.

**5.2 Solution d'essai**, acide acétique, solution à 3 % (masse volumique).

Ajouter ( $30 \pm 1$ ) g (28,6 ml) d'acide acétique concentré (5.1) à 500 ml d'eau en utilisant une éprouvette graduée cylindrique (6.4), et compléter ensuite à 1 l. Préparer la solution d'essai juste avant l'emploi, en quantité suffisante pour pouvoir réaliser l'ensemble des essais et analyses.

**5.3 Solutions mères pour analyse**, les solutions mères ou multi-éléments standard employées pour les analyses par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP) doivent être utilisées.

**5.4 Agent de lavage pour la vaisselle**, consistant en un détergent destiné au lavage de la vaisselle, disponible dans le commerce, non acide et dilué de façon habituelle.

## 6 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW

Utiliser uniquement de la verrerie de laboratoire respectant les exigences des normes internationales appropriées, le cas échéant, en verre borosilicaté tel que spécifié dans l'ISO 3585.

**6.1 Spectromètre à plasma à couplage inductif (ICP)**, dont les limites de détection sont au moins six fois inférieures aux limites de libération indiquées dans le [Tableau 1](#). D'autres équipements d'analyse qui atteignent des performances équivalentes peuvent également être utilisés (par exemple, spectrométrie d'absorption atomique en four graphite – GFAAS).

**6.2 Fioles jaugées à un trait**, de capacités 100 ml et 1 000 ml, respectant les exigences spécifiées dans l'ISO 1042 pour les fioles jaugées à un trait de classe B ou supérieure. Il peut également s'avérer nécessaire d'en utiliser d'autres de capacités différentes.

**6.3 Pipettes à un trait**, de capacités 10 ml et 100 ml, respectant les exigences spécifiées dans l'ISO 648 pour les pipettes à un trait de classe B ou supérieure. Il peut également s'avérer nécessaire d'en utiliser d'autres de capacités différentes.

**6.4 Éprouvettes graduées cylindriques**, de capacités 50 ml et 500 ml, respectant les exigences spécifiées dans l'ISO 4788. Il peut également s'avérer nécessaire d'en utiliser d'autres de capacités différentes.

**6.5 Récipients, contenants, bouchons et raccords**, devant être constitués d'un matériau tel que du verre ou du polytétrafluoroéthylène (PTFE).

**6.6 Récipients en verre borosilicaté** conforme à l'ISO 3585, présentant un diamètre intérieur de 80 mm, un diamètre extérieur de 90 mm, une hauteur de 36 mm et un diamètre de l'orifice de remplissage de 10 mm.

Le calcul du rapport surface/volume ( $S/V$ ) est décrit ci-après.

Chaque compartiment présente un diamètre intérieur de 80 mm. Par conséquent, la surface soumise à essai,  $a$ , d'une plaque d'essai est de  $5\,025\text{ mm}^2$  ( $a = \pi \cdot r^2$ ),  $r$  étant le rayon de cette plaque d'essai.

Le volume,  $V$ , du compartiment présentant une hauteur,  $h$ , de 36 mm et une épaisseur de joint,  $e$ , de 2 mm est calculé à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$V = (h + 2 \cdot e) \cdot a \quad (1)$$

$$V = (36 \text{ mm} + 2 \cdot 2 \text{ mm}) \cdot 5\,025 \text{ mm}^2 = 201\,000 \text{ mm}^3$$

Le rapport  $S/V$  peut être calculé à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$\frac{S}{V} = \frac{5\,025 \text{ mm}^2}{201\,000 \text{ mm}^3} = 0,025 \text{ mm}^{-1} \quad (2)$$

Par conséquent, le rapport  $S/V$  pour deux plaques qui doit être utilisé est égal à  $0,05 \text{ mm}^{-1}$ .

**6.7 Joints en silicone**, de 80 mm de diamètre intérieur, d'au moins 90 mm de diamètre extérieur et de 2 mm d'épaisseur.

**6.8 Bouchons en silicone**, de 10 mm de diamètre et de 20 mm de long.

**6.9 Plaque d'isolation thermique en PTFE**, de dimensions minimales 105 mm × 105 mm et de 2 mm d'épaisseur.

**6.10 Échantillons à blanc de plaque en verre borosilicaté** conforme à l'ISO 3585, de dimensions minimales 105 mm × 105 mm et de 2 mm d'épaisseur.

**6.11 Châssis à brides**, en acier résistant à la corrosion.

**6.12 Dispositif de chauffage**, capable de maintenir la température d'essai de libération, par exemple  $(95 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

**6.13 Bécher** pour le préchauffage de la solution d'essai, en verre borosilicaté, d'un volume minimal de 600 ml. Le bécher est également utilisé comme récipient d'échantillon à blanc lorsque les articles sont soumis à essai.

**6.14 Couvercle en verre borosilicaté** conforme à l'ISO 3585.

**6.15 Appareillage de laboratoire d'essai de libération**, voir [10.1.1](#).

## 7 Échantillons

L'échantillon pour laboratoire doit être composé de quatre plaques d'essai individuelles ou de deux articles, constitués du même matériau, de forme et de dimensions identiques, et comportant la même décoration. Il peut s'agir de plaques d'essai fabriquées expressément dans ce but ou d'articles véritables, fabriqués industriellement.

Pour l'essai des récipients et réservoirs en émail vitrifié, des éprouvettes préparées conformément à l'ISO 28764 doivent être utilisées. Ces éprouvettes doivent être soumises à essai comme la vaisselle plate.

Si un émail différent est utilisé pour le contour ou le couvercle d'un article de vaisselle, il doit également être soumis à essai.

## 8 Préparation des échantillons

Laver sommairement les échantillons dans une solution aqueuse à  $(40 \pm 5)$  °C contenant 1 ml/l d'agent de lavage pour la vaisselle (5.4). Rincer les échantillons avec soin à l'eau du robinet et ensuite avec de l'eau distillée, et laisser égoutter. Les sécher avec du papier filtre propre. Ne pas utiliser les échantillons qui présentent des traces résiduelles.

Ne plus manipuler la surface à soumettre à essai après qu'elle a été nettoyée ou préparée.

Pour les articles, un autre mode opératoire de nettoyage doit être appliqué si cela est spécifié dans le manuel d'utilisation et d'entretien de l'article.

## 9 Conditions d'essai

En ce qui concerne les surfaces émaillées utilisées uniquement à température ambiante, les conditions d'essai doivent être les suivantes: 24 h à  $(40 \pm 2)$  °C.

En ce qui concerne les surfaces émaillées utilisées pour du remplissage à chaud, les conditions d'essai doivent être les suivantes: 2 h à  $(70 \pm 2)$  °C.

En ce qui concerne les surfaces émaillées utilisées avec des grils et barbecues, le temps d'exposition étant bref, les conditions d'essai doivent être les suivantes: 30 min à  $(95 \pm 2)$  °C.

En ce qui concerne les surfaces émaillées utilisées pour des applications à haute température, dont la cuisson, les conditions d'essai doivent être les suivantes: 2 h à  $(95 \pm 2)$  °C.

Lorsque des essais sont effectués selon la condition « 2 h à 95 °C », il ne doit pas être exigé de réaliser d'autres essais selon d'autres conditions, car il s'agit de la condition la plus rigoureuse.

Pour toutes les températures d'essai, s'assurer que la température du simulant se rapporte à la température requise et pas seulement à la température du four ou du bain.

Le recours à la température de 95 °C, plutôt qu'aux conditions d'ébullition, est spécifié afin d'éliminer la variabilité liée aux facteurs, atmosphériques et autres, influant sur les conditions d'ébullition.

La concentration d'ions métalliques libérés est déterminée au moyen d'un spectromètre à plasma à couplage inductif (ICP).

## 10 Mode opératoire

### 10.1 Essai de libération

#### 10.1.1 Appareillage de laboratoire d'essai de libération

L'appareillage d'essai de libération doit être monté verticalement en assemblant trois cellules d'essai adjacentes: une, au centre, pour l'essai à blanc et, sur chacun de ses côtés, une cellule d'essai de stagnation (voir [Figure 1](#)).