

Dossier P179958 - Document DE/11 - Page 1/12

RAPPORT D'ETUDE

Demandeur : PROCTER & GAMBLE FRANCE
163-165 Quai Aulagnier
92600 ASNIERES SUR SEINE
FRANCE

Date et référence de la commande : Commande N°G4P-8000895564 du 03/08/2018

Période de réalisation des essais : S12 à S21/2018

Objet : Etude de recherche de substances chimiques dans des couches pour bébés par relargage dans l'urine artificielle

Document de référence :


- EN 10993 (partie 12) – Dispositifs médicaux
- Documentation Afnor Q 34-018 (liquide d'essai pour les articles d'hygiène infantile - Point 5) et recommandation par Edana (sans agent de surface non ionique)

Identification des échantillons : Cf Page 2

La reproduction du présent document n'est autorisée que sous sa forme intégrale.

L'objectif de l'étude est de rechercher et de mesurer le relargage (Leachable) dans de l'urine artificielle d'un ensemble de substances chimiques dans des couches pour bébés lors d'une simulation d'un usage réel des couches.

1. DESCRIPTION DES ECHANTILLONS

Ref LNE	Marques	EAN	Code fabricant	Taille	Date de réception	Visuel
B05609	Pampers Baby-dry 6-10 kg	4015400844044	13032018 8 072 4499 36 22:59(E) MADE IN GERMANY	T3	16/03/2018	

Suite du rapport page suivante

Etude de relargage dans l'urine artificielle

2. PREPARATION DES ECHANTILLONS

L'échantillon est la couche entière. Les couches sont mises en contact avec de l'urine artificielle (Solution de chlorure de sodium à 9 g/L) selon le fascicule de documentation AFNOR Q 34_018 pendant 16h à 37°C. Les solutions d'urine artificielle sont ensuite analysées pour déterminer la quantité de substances chimiques qui a été relarguée à partir de la couche.

2.1. RELARGAGE DANS L'URINE ARTIFICIELLE

Les couches entières sont disposées dans un cristalliseur de 2L. Les bandes de repositionnement situées à l'avant et à l'arrière de la couche sont fixées à l'aide de scotch à l'extérieur du cristalliseur de manière à tendre la couche pour former un volume capable de contenir l'urine artificielle de manière étanche. Ainsi seule la face interne de la couche est en contact avec l'urine.



Les volumes d'urine artificielle sont déterminés au cas par cas selon la capacité d'absorption de chaque couche. Pour cet échantillon, le volume est de 600 mL. L'objectif est de saturer la couche pour permettre, à la fin du contact, un volume suffisant d'urine artificielle surnageant pour réaliser les analyses.

Les volumes suivants d'urine artificielle (solution de chlorure de sodium à 9 g/L selon Q 34-018) sont introduits en 3 fois, répartis uniformément sur toute la surface absorbante de la couche. Les ajouts sont entrecoupés de 15 min d'attente pour laisser au liquide le temps de se répartir uniformément.

Afin de surestimer le relargage des substances et d'être dans les conditions les plus sévères, sur la base de l'expérience du LNE dans le domaine du contact alimentaire, les solutions sont stockées à 37°C pendant 16h dans une étuve. Cette durée permet de surestimer le contact de la couche avec un bébé pendant une nuit.

A la fin de la période de relargage, la couche est doucement pressée entre deux plaques de verre tenues manuellement pour récupérer au minimum 200 mL de solution surnageante nécessaire aux analyses. La solution est transvasée dans un flacon en verre et stockée à 4°C.

3. ANALYSES CHIMIQUES – RELARGAGE DANS L'URINE ARTIFICIELLE

3.1. COV

Un volume connu de solution d'urine artificielle est placée dans un flacon à espace de tête et chauffé. L'espace de tête est analysé par HSGC/MS.

3.2. HAP

L'urine artificielle est extraite par du dichlorométhane. La solution organique est filtrée et les substances sont dosées par GC/MS.

3.3. PESTICIDES ORGANOCHLORES ET PYRETHROÏDES

L'urine artificielle est extraite par du dichlorométhane. La solution organique est filtrée et les substances sont dosées par GC/MS.

3.4. GLYPHOSATE ET AMPA (ANALYSES SOUS-TRAITEES)

La solution d'urine artificielle est immédiatement envoyée au laboratoire sous-traitant (La Drôme Laboratoire) qui réalise le dosage du glyphosate et de l'AMPA.

3.5. DIOXINES ET FURANES (ANALYSES SOUS-TRAITEES)

La solution d'urine artificielle est immédiatement envoyée au laboratoire sous-traitant (Eurofins) qui réalise le dosage des dioxines et furanes.

3.6. ORGANOSTANNEUX

L'urine artificielle est dérivée par du sodiumtetraethylborate et extraite par de l'heptane. Les organostanneux sont dosés par GC/MS.

3.7. METAUX LOURDS

Les métaux lourds sont dosés dans l'urine artificielle par ICP/MS.

3.8. PHTALATES

L'urine artificielle est extraite par du dichlorométhane. La solution organique est filtrée et les substances sont dosées par GC/MS.

Suite du rapport page suivante

4. RESULTATS

COV

Urine artificielle (mg/L)	Styrène	Toluène	Naphtalène
Limite de détection (mg/L)	0,01	0,01	0,01
B05609	ND	ND	ND

ND : non détecté

HAP

Urine artificielle (mg/L)	Acenaphthene	Acenaphthylene	Anthracene	Benz[a]anthracene	Benz[a]pyrene	Benz[b]fluoranthene	Benz[e]pyrene	Benz[ghi]perylene	Benz[ghi]perylene	Benz[ghi]perylene	Benz[k]fluoranthene	Chrysene	Dibenz[a,h]anthracene	Fluoranthene	Fluorene	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	Naphthalene	Phenanthrene	Pyrene
Limite de détection (mg/L)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
B05609	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND : non détecté

Pesticides organochlorés et pyrethroïdes

Urine artificielle (mg/L)	Hexachlorobenzene	Quintozone	Pentachloraniline
Limite de détection (mg/L)	0,002	0,003	0,003
B05609	ND	ND	ND

ND : non détecté

Glyphosate et AMPA

Urine artificielle (mg/L)	Glyphosate	AMPA
Limite de détection (mg/L)	0,001	0,001
B05609	ND	ND

ND : non détecté

Dioxines et furanes

Urine artificielle (ng/L)	2,3,7,8-TetraCDD	1,2,3,7,8-PentaCDD	1,2,3,4,7,8-HexaCDD	1,2,3,6,7,8-HexaCDD	1,2,3,7,8,9-HexaCDD	1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDD	OctaCDD	2,3,7,8-TetraCDF	1,2,3,7,8-PentaCDF	2,3,4,7,8-PentaCDF	1,2,3,4,7,8-HexaCDF	1,2,3,6,7,8-HexaCDF	1,2,3,7,8,9-HexaCDF	2,3,4,6,7,8-HexaCDF	1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDF	1,2,3,4,7,8,9-HeptaCDF	OctaCDF	Somme des Dioxines et furanes (OMS 2005 PCDD/F- TEQ) sans LQ	Somme des Dioxines et furanes I-TEQ (NATO/CCMS)) sans LQ
Limite de détection (ng/L)	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,80	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	1,2	0,63	0,58
B05609	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND : non détecté

Organostanneux

Urine artificielle (mg/L)	MBT	DBT	TBT
Limite de détection (mg/L)	0,005	0,005	0,005
B05609	ND	ND	ND

ND : non détecté

Métaux lourds

Urine artificielle (mg/L)	Plomb	Mercure	Chrome	Cadmium
Limite de détection (mg/L)	1	0,1	1	0,1
B05609	ND	ND	ND	ND

ND : non détecté

Phtalates

Urine artificielle (mg/L)	DBP	BBP	DEHP	DNOP	DINP	DIDP
Limite de détection (mg/L)	10	10	10	10	10	10
B05609	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND : non détecté

Trappes, le 28/08/2018



Le responsable de l'essai

Cédric Lythaud

Les résultats mentionnés ne sont applicables qu'aux échantillons, aux produits ou aux matériels soumis au LNE et tels qu'ils sont définis dans le présent document.

Annexe

Substances recherchées

COV	CAS
Styrène	100-42-5
Toluène	108-88-3
Naphtalène	91-20-3
HAP	CAS
Naphthalene	91-20-3
Acenaphthylene	208-96-8
Acenaphthene	83-32-9
Fluorene	86-73-7
Phenanthrene	85-01-8
Anthracene	120-12-7
Fluoranthene	206-44-0
Pyrene	129-00-0
Benz[a]anthracene	56-55-3
Chrysene	218-01-9
Benzo[j]fluoranthène	205-82-3
Benzo[k]fluoranthene	207-08-9
Benzo[b]fluoranthene	205-99-2
Benzo[e]pyrène	192-97-2
Benzo[a]pyrene	50-32-8
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5
Dibenz[a,h]anthracene	53-70-3
Benzo[ghi]perylene	191-24-2
Pesticides organochlorés et pyrethroïdes	CAS
Hexachlorobenzene	118-74-1
Quintozène	82-68-8
Pentachloranilline	527-20-8
Glyphosate et AMPA	CAS
Glyphosate	1071-83-6
AMPA	1066-51-9

<i>Dioxines et furanes</i>	CAS
2,3,7,8-TetraCDD	1746-01-6
1,2,3,7,8-PentaCDD	40321-76-4
1,2,3,4,7,8-HexaCDD	39227-28-6
	34465-46-8
1,2,3,6,7,8-HexaCDD	57653-85-7
	58200-69-4
1,2,3,7,8,9-HexaCDD	19408-74-3
	35822-46-9
1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDD	37871-00-4
OctaCDD	3268-87-9
2,3,7,8-TetraCDF	51207-31-9
1,2,3,7,8-PentaCDF	57117-41-6
2,3,4,7,8-PentaCDF	57117-31-4
1,2,3,4,7,8-HexaCDF	55684-94-1
	70648-26-9
1,2,3,6,7,8-HexaCDF	57117-44-9
1,2,3,7,8,9-HexaCDF	72918-21-9
2,3,4,6,7,8-HexaCDF	60851-34-5
	38998-75-3
1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDF	67562-39-4
	67652-39-5
1,2,3,4,7,8,9-HeptaCDF	55673-89-7
OctaCDF	39001-02-0

<i>Organostanneux</i>	CAS
TBT	-
DBT	-
MBT	-

<i>Métaux lourds</i>	CAS
Plomb	-
Mercuré	-
Chrome	-
Cadmium	-

<i>Phtalates</i>	CAS
DBP	84-74-2
BBP	85-68-7
DEHP	117-81-7
DNOP	117-84-0
	28553-12-0
DINP	68515-48-0
	26761-40-0
DIDP	68515-49-1

Ref LNE	V Urine artificielle à introduire (mL)
B05609	550



Ref LNE	B05609	Code fabricant	13032018 8 072 4499 36 22:59(E) MADE IN GERMANY	EAN	4015400844044
Marques	Pampers Baby-dry 6-10 kg	Taille	T3	Date de réception	16/03/2018

B05609

*Urine
(mg/L d'urine artificielle,
ng/L d'urine artificielle
pour les dioxines et
furanés)*

*V urine en contact avec
la référence = 550 mL*

COV	Limite de détection	B05609
-----	---------------------	--------

Styrène	0,01	ND
Toluène	0,01	ND
Naphtalène	0,01	ND

HAP	Limite de détection	B05609
-----	---------------------	--------

Acenaphthene	0,1	ND
Acenaphthylene	0,1	ND
Anthracene	0,1	ND
Benz[a]anthracene	0,1	ND
Benzo[a]pyrene	0,1	ND
Benzo[b]fluoranthene	0,1	ND
Benzo[e]pyrène	0,1	ND
Benzo[ghi]perylene	0,1	ND
Benzo[j]fluoranthène	0,1	ND
Benzo[k]fluoranthene	0,1	ND
Chrysene	0,1	ND
Dibenz[a,h]anthracene	0,1	ND
Fluoranthene	0,1	ND
Fluorene	0,1	ND
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0,1	ND
Naphthalene	0,1	ND
Phenanthrene	0,1	ND
Pyrene	0,1	ND

Pesticides organochlorés et pyrethroïdes	Limite de détection	B05609
--	---------------------	--------

Hexachlorobenzene	0,002	ND
Quintozène	0,003	ND
Pentachloraniline	0,003	ND

B05609

Urine
(mg/L d'urine artificielle,
ng/L d'urine artificielle
pour les dioxines et
furanes)
V urine en contact avec
la référence = 550 mL

<i>Glyphosate et AMPA</i>		
	<i>Limite de détection</i>	<i>B05609</i>
Glyphosate	0,001	ND
AMPA	0,001	ND
<i>Dioxines et furanes</i>		
	<i>Limite de détection</i>	<i>B05609</i>
2,3,7,8-TetraCDD	0,2	ND
1,2,3,7,8-PentaCDD	0,2	ND
1,2,3,4,7,8-HexaCDD	0,2	ND
1,2,3,6,7,8-HexaCDD	0,2	ND
1,2,3,7,8,9-HexaCDD	0,2	ND
1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDD	0,2	ND
OctaCDD	0,80	ND
2,3,7,8-TetraCDF	0,2	ND
1,2,3,7,8-PentaCDF	0,2	ND
2,3,4,7,8-PentaCDF	0,2	ND
1,2,3,4,7,8-HexaCDF	0,2	ND
1,2,3,6,7,8-HexaCDF	0,2	ND
1,2,3,7,8,9-HexaCDF	0,2	ND
2,3,4,6,7,8-HexaCDF	0,2	ND
1,2,3,4,6,7,8-HeptaCDF	0,2	ND
1,2,3,4,7,8,9-HeptaCDF	0,2	ND
OctaCDF	1,2	ND
Somme des Dioxines et furanes (OMS 2005 PCDD/F- TEQ) sans LQ	0,63	ND
Somme des Dioxines et furanes I-TEQ (NATO/CCMS) sans LQ	0,58	ND
<i>Organostanneux</i>		
	<i>Limite de détection</i>	<i>B05609</i>
MBT	0,005	ND
DBT	0,005	ND
TBT	0,005	ND
<i>Métaux lourds</i>		
	<i>Limite de détection</i>	<i>B05609</i>
Plomb	1	ND
Mercure	0,1	ND
Chrome	1	ND
Cadmium	0,1	ND
<i>Phtalates</i>		
	<i>Limite de détection</i>	<i>B05609</i>
DBP	10	ND
BBP	10	ND
DEHP	10	ND
DNOP	10	ND
DINP	10	ND

B05609

*Urine
(mg/L d'urine artificielle,
ng/L d'urine artificielle
pour les dioxines et
furanés)*

*V urine en contact avec
la référence = 550 mL*

DIDP

10

ND

ND : NON DETECTE.