Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 84 (1993)

Heft: 6

Artikel: Détermination d'isophorone dans des jouets en PVC plastifié et migration d'isophorone dans l'eau = Determination of isophorone in plasticized PVC and migration of isophorone in water

Autor: Iliano, Béatrice / Oudar, Anne-Marie

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982157

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 09.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Trav. chim. aliment. hyg. **84**, 700–705 (1993)
Présenté le 23 septembre 1993. Accepté le 7 octobre 1993

Détermination d'isophorone dans des jouets en PVC plastifié et migration d'isophorone dans l'eau

Determination of Isophorone in Plasticized PVC and Migration of Isophorone in Water

Béatrice Iliano et *Anne-Marie Oudar*
Institut d'hygiène et d'épidémiologie, Bruxelles (Chef du département Ir. J. Gosselé)

Introduction

Actuellement se trouvent sur le marché des jouets en PVC plastifié contenant des quantités plus ou moins importantes de solvants résiduels dont entr'autres l'isophorone (= 3,5,5-triméthyl-2-cyclohexène-1-one).

Il s'agit de jouets en plastique souple et peint, prévus pour enfants du 1er âge, c'est-à-dire pour enfants qui portent tout à la bouche. Ces jouets proviennent surtout d'Asie.

L'isophorone est un solvant qui peut présenter une certaine toxicité surtout s'il est en contact avec des jeunes enfants. Il est suspect du point de vue de la cancérogénicitié, il n'est pas mutagène (1, 2).

Nous avons d'abord identifié la matière plastique par infrarouge. Ceci est suivi
- d'une identification d'isophorone dans la matière plastique
- d'une détermination d'isophorone résiduel dans le PVC
- d'une migration dans l'eau d'une surface déterminée.

Identification de l'isophorone

L'identification de l'isophorone se fait par GC-MS selon la méthode hollandaise utilisée pour l'identification des matériaux au contact des denrées alimentaires (3).

150 mg de jouet plastique sont dissous dans 1 ml d'éther contenant comme étalon interne le dodécane C12 – l'eicosane C20 et le tetracosane C24.

La figure 1 nous montre le chromatogramme obtenu en GC-MS. Nous constatons le pic d'isophorone et plusieurs autres pics de mixture de plastifiants ainsi que les pics de référence C12, C20, C24.

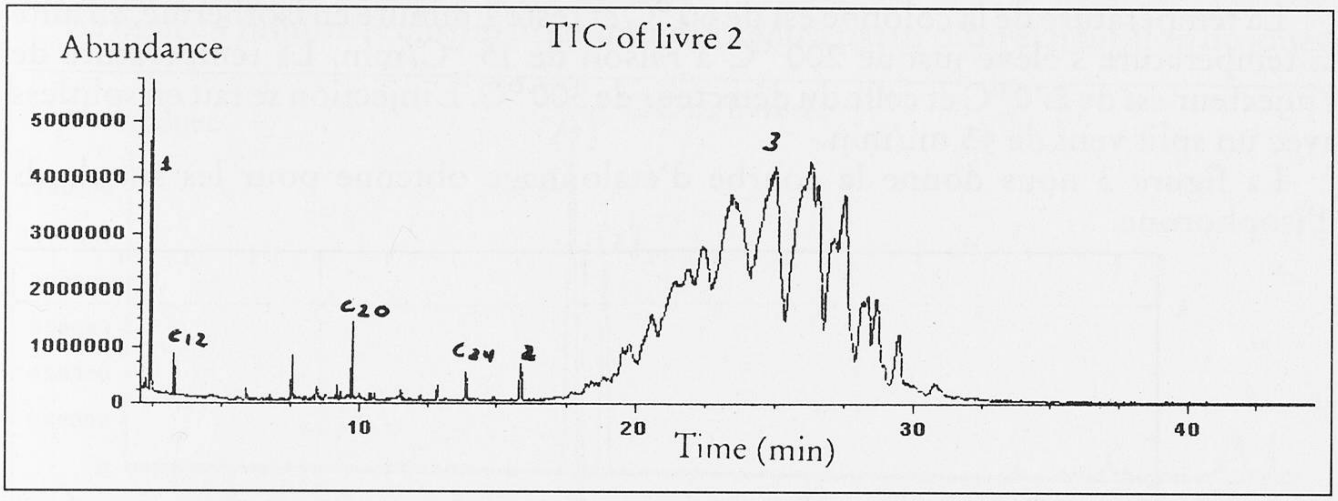

Fig. 1. GC-MS d'un jouet en PVC plastifié
1 = isophorone, 2 = diéthylhexylphtalate, 3 = mixture de phtalates C_9-C_{12}
TIC = Total ion chromatography livre 2 = échantillon 2 dans le tableau 1

La figure 2 nous montre le spectre MS de l'isophorone.

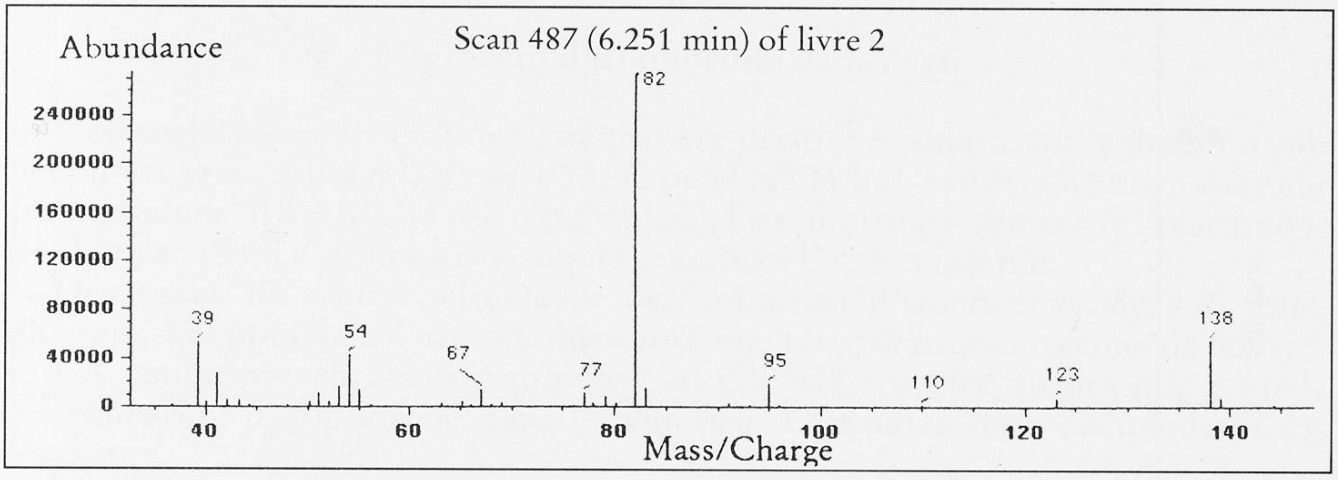

Fig. 2. Spectre de masse de l'isophorone

Détermination d'isophorone résiduel

La teneur d'isophorone résiduel dans la matière plastique est déterminée en GC-MS à l'aide d'un étalon interne, la 3,5-diméthyl-2-cyclohexène-1-one produit pur à 99% de chez Aldrich.

Nous injectons 1 µl d'une solution obtenue à partir d'environ 100 à 500 mg de matière plastique dissoute dans le méthanol auquel est ajouté l'étalon interne. Le rapport des surfaces des pics d'isophorone et de 3,5-diméthyl-2-cyclohexène-1-one est comparé à ceux obtenus à l'aide de solutions standards de 10, 20, 40, 60, 80 ppm d'isophorone et de 100 ppm de 3,5-diméthyl-cyclohexène-1-one.

Le GC-MS utilisé est un Hewlett Packard 5970.

Les conditions chromatographiques sont les suivantes; il s'agit d'une colonne capillaire de type méthylsilicone de chez Hewlett Packard de 12,5 m de longueur, de 0,2 mm de diamètre interne et de 0,3 µm d'épaisseur de film.

La température de la colonne est de 60 °C et reste 1 minute en isotherme, ensuite la température s'élève jusque 200 °C à raison de 15 °C/min. La température de l'injecteur est de 270 °C et celle du détecteur de 300 °C. L'injection se fait en splitless avec un split vent de 45 ml/min.

La figure 3 nous donne la courbe d'étalonnage obtenue pour les standards d'isophorone.

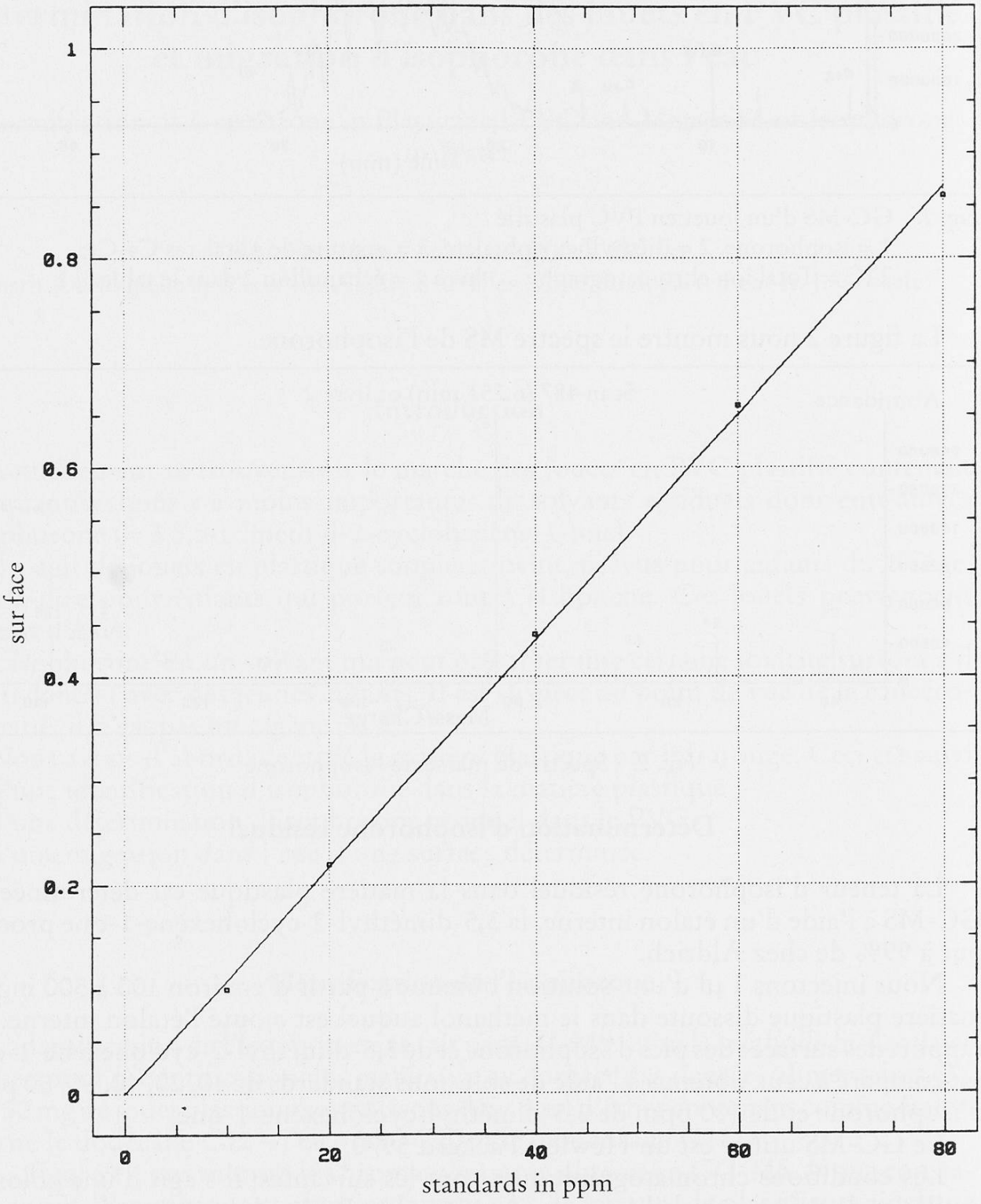

Fig. 3. Courbe d'étalonnage: concentration en ppm d'isophorone en fonction du rapport des surfaces des pics d'isophorone et d'étalon interne

La figure 4 montre le chromatogramme obtenu à partir d'un échantillon de jouet.

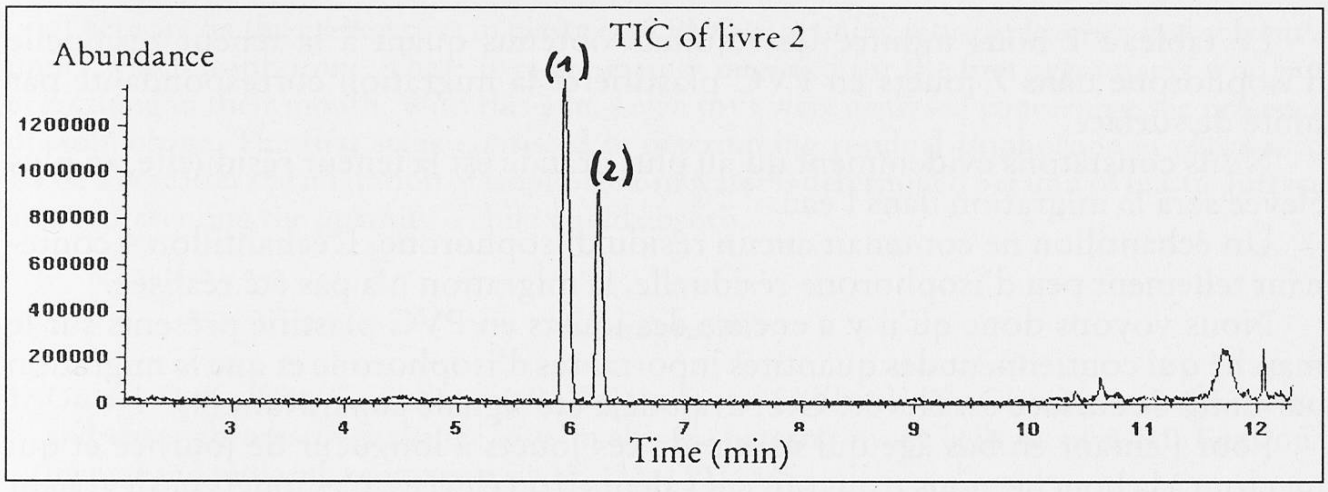

Fig. 4. Chromatogramme d'un jouet dans le méthanol (1) 3,5-diméthylcyclohexène-1-one (2) isophorone (abréviations voir figure 1)

Migration d'isophorone dans l'eau

Une surface connue (± 2 dm^2) de matière plastique composant le jouet est mis en contact avec (± 100 ml) d'eau à 37 °C pendant 24 h. L'eau est ensuite passée sur une cartouche SEPAK C18 (de type Varian), l'isophorone retenue sur la cartouche est élué par 10 ml d'acétonitrile auquel est ajouté l'étalon interne.

Des essais de récupération avec des solutions d'isophorone de 400 ppm, 200 ppm, 100 ppm dans l'eau ont démontré une récupération moyenne de 90%.

Les conditions chromatographiques en GC-MS sont les mêmes que pour la détermination d'isophorone dans le matériau. Une autre série de standards est nécessaire.

Le tableau 1 donne les résultats obtenus pour la teneur résiduelle d'isophorone dans le PVC et la migration en mg/dm^2 d'isophorone migrée dans l'eau.

Tableau 1. Résultats

Echantillons en PVC plastifié	Teneur résiduelle	Migration dans l'eau
1. Rouler-Bouler: Taiwan	3732 ppm	1,7 mg/dm^2
2. Grand livre	4214 ppm	2,4 mg/dm^2
3. Petit livre	2885 ppm	2 mg/dm^2
4. Bloc: Chine	98 ppm	–
5. Livre: Taiwan	–	–
6. Livre Taiwan (Chevron)	797 ppm	0,6 mg/dm^2
7. Bloc musical	203 ppm	0,1 mg/dm^2

Conclusion

Le tableau 1 nous montre les résultats obtenus quant à la teneur résiduelle d'isophorone dans 7 jouets en PVC plastifié et la migration correspondante par unité de surface.

Nous constatons évidemment qu'au plus grande est la teneur résiduelle, au plus élevée sera la migration dans l'eau.

Un échantillon ne contenait aucun résidu d'isophorone. L'échantillon 4 contenant tellement peu d'isophorone résiduelle, la migration n'a pas été réalisée.

Nous voyons donc qu'il y a encore des jouets en PVC plastifié présents sur le marché qui contiennent des quantités inportantes d'isophorone et que la migration par unité de surface est élevée. Ceci avait déjà été signalé auparavant (4).

Pour l'enfant en bas âge qui manipule ces jouets à longueur de journée et qui met tout à la bouche, nous trouvons ces valeurs trop élevées. Ces jouets ne devraient pas se trouver sur le marché.

En Belgique, les matières plastiques composant les jouets doivent être conformes à la législation concernant les matériaux plastiques destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires. D'après cette législation, l'isophorone ne peut pas être présent dans la matière plastique. Ces jouets sont donc non conformes chez nous.

Remerciements

Nos remerciements vont à Madame *M. Mathieu* pour le travail dactylographique.

Résumé

On trouve sur le marché des jouets en PVC plastifié contenant des quantités plus ou moins importantes de solvants résiduels dont l'isophorone. Ce sont surtout des jouets prévus pour le 1er âge, pour les enfants qui portent tout à la bouche. A cette fin, sept échantillons de jouets ont été analysés quant à la présence d'isophorone. Une première étape consiste à la détermination d'isophorone résiduel dans le PVC plastifié. Ensuite est présentée la migration d'isophorone dans l'eau, par unité de surface de matière plastique, ce qui représenterait ce qu'un enfant peut absorber.

Zusammenfassung

Im Handel werden Spielzeuge aus weichmacherhaltigem PVC gefunden, die mehr oder weniger hohe Lösungsmittelrückstände enthalten, unter anderen Isophoron. Diese Spielzeuge sind vor allem für das erste Kindesalter bestimmt, für Kinder also, die alles zum Munde führen. Spielzeuge werden analysiert, um Isophoronrückstände nachzuweisen. Zuerst wurden die Isophoronrückstände in weichmacherhaltigem PVC bestimmt, danach wurde die Migration von Isophoron im Wasser per weichmacherhaltiger PVC-Oberflächeneinheit gemessen, was die Menge darstellt, die ein Kind absorbieren kann.

Summary

There are on the market toys in plasticized PVC containing more or less residual solvents, under which isophorone. These toys are mainly intended for the first age, infants who put everything in their mouth. With this aim, seven toys were analysed concerning the presence of isophorone. The first stage consisted in determining residual isophorone in plasticized PVC. Thereafter the migration of isophorone in water is determined per unit of plastic surface area representing the quantity a child could absorb.

Bibliographie

1. *Gulati, D. K., Witt, K., Anderson, B., Zeiger, E.* and *Shelby, M. D.:* Chromosone aberration and sister chromatid exchange tests in chinese hamster ovary cells in vitro III. Environmental and molecular mutagenesis **13,** 133–139 (1989).
2. NTP Technical Report on the toxicology and carcinogenesis studies of isophorone in F344/N rats and B6C3F$_1$ mice. NTP TR 291. NIH Publication N° 86-2547. U.S. Department of Health and Human Services. National Toxicology Program, Research Triangle Park, NC 27709, 1986.
3. *Van Battum, D.* and *Van Lierop, B.J.:* Testing of food contact materials in the Netherlands. Food additives and contaminants **6,** 381–395 (1988).
4. *Giehl, R.* und *Reindl, B.:* Migration aus Weich-PVC-Spielwaren. Deut. Lebensm. Rundschau **81,** 212–215 (1985).

Béatrice Iliano
Anne-Marie Oudar
Institut d'hygiène et d'épidémiologie
Département de pharmacobromatologie
Rue J. Wytsman, 14
B-1050 Bruxelles