

Maisons-Alfort, le 19 février 2016

## **Avis** **de l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de** **l'environnement et du travail**

**relatif à la demande d'autorisation d'emploi de trois films en matières plastiques destinés au contact de denrées alimentaires, de références commerciales BTTX<sup>1</sup>, BZN, BFF et OXBTEC, soumis à un traitement par ionisation, en vue de leur inscription sur la liste des matériaux et objets déjà inscrits en application de l'arrêté du 12 août 1986 modifié**

---

*L'Anses met en œuvre une expertise scientifique indépendante et pluraliste.*

*L'Anses contribue principalement à assurer la sécurité sanitaire dans les domaines de l'environnement, du travail et de l'alimentation et à évaluer les risques sanitaires qu'ils peuvent comporter.*

*Elle contribue également à assurer d'une part la protection de la santé et du bien-être des animaux et de la santé des végétaux et d'autre part l'évaluation des propriétés nutritionnelles des aliments.*

*Elle fournit aux autorités compétentes toutes les informations sur ces risques ainsi que l'expertise et l'appui scientifique technique nécessaires à l'élaboration des dispositions législatives et réglementaires et à la mise en œuvre des mesures de gestion du risque (article L.1313-1 du code de la santé publique).*

*Ses avis sont rendus publics.*

---

L'Anses a été saisie le 28 mai 2014 par la Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes (DGCCRF) d'une demande d'avis relatif à une demande d'autorisation d'emploi de trois films en matières plastiques destinés au contact de denrées alimentaires, de références commerciales BTTX<sup>1</sup>, BZN, BFF et OXBTEC, soumis à un traitement par ionisation, en vue de leur inscription sur la liste des matériaux et objets déjà inscrits en application de l'arrêté du 12 août 1986 modifié.

### **1. CONTEXTE ET OBJET DE LA SAISINE**

Conformément à l'arrêté du 12 août 1986 modifié, les opérateurs qui fabriquent ou importent des matériaux qui sont soumis à un traitement par une source de rayonnements ionisants à une dose supérieure à 10 kGy, et qui sont destinés à être mis au contact de denrées alimentaires, doivent adresser une demande d'autorisation à la DGCCRF accompagnée d'un dossier comportant :

- la description et la justification technique du traitement ;
- la composition du matériau et les éléments de preuve de conformité à la législation en vigueur ;
- les modalités opératoires du traitement (source et type du rayonnement ainsi que dose appliquée) ;

---

<sup>1</sup> Les références commerciales BTTX et BZN correspondent au même film en polyéthylène mais décliné en plusieurs épaisseurs (de 11 à 25 µm).

- les résultats d'essais de migration et la vérification du respect des limites de migration spécifiques (LMS) après traitement ;
- les résultats de la recherche de produits éventuels de dégradation liés au traitement.

Le dossier devra en outre être constitué selon les lignes directrices de l'afssa publiées le 06 février 2006.

## **2. ORGANISATION DE L'EXPERTISE**

L'expertise a été menée dans le respect de la norme NF X 50-110 « Qualité en expertise – Prescriptions générales de compétence pour une expertise (Mai 2003) ».

L'expertise collective a été réalisée par le groupe de travail pérenne (GT) « Évaluation des substances et procédés soumis à autorisation en alimentation humaine » (GT ESPA), réuni le 10 juillet 2014 et le 16 octobre 2014. Elle a porté sur le dossier fourni par le pétitionnaire. A l'issue de la réunion du 16 octobre 2014, des demandes de compléments d'information ont été transmises au pétitionnaire. En conséquence, des informations supplémentaires ont été transmises à l'Anses le 11 février 2015 et le 28 octobre 2015 par la DGCCRF. Les informations complémentaires ont été examinées en réunion le 19 février 2015, le 19 mars 2015 et le 17 décembre 2015.

L'avis final a été validé par le GT ESPA le 17 décembre 2015.

L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de l'expertise.

Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques via le site internet de l'Anses ([www.anses.fr](http://www.anses.fr))

## **3. ANALYSE ET CONCLUSIONS DU GT ESPA**

### **3.1. Identification des matériaux et condition d'emploi**

La demande concerne trois films thermorétractables multicouches, de faible épaisseur, de base polyéthylène. Ces films sont obtenus selon le procédé de fabrication suivant : coextrusion de gaines, puis réticulation des gaines sous l'effet de rayonnements ionisants, production de films bi-orientés à partir des gaines réticulées dans des fours à infrarouge puis enroulage des films en bobines. Les trois structures de films utilisées sont constituées de plusieurs couches dont la description complète figure dans le dossier du pétitionnaire (données confidentielles).

Les conditions d'emploi des films couvrent les denrées alimentaires à l'exclusion des aliments alcoolisés pour des longues durées de contact à température ambiante ou inférieure. Des exemples d'application sont cités comme les fruits, les légumes, la viande fraîche, le fromage et les pizzas fraîches, en insistant sur le caractère non exhaustif de cette liste.

### **3.2. Type de source et dosimétrie des rayonnements appliqués**

L'unité d'ionisation est parfaitement décrite dans le rapport du pétitionnaire.

Celui-ci a toutefois dû apporter des précisions concernant les procédures employées relative à la mesure des doses de rayonnements ionisants appliqués (tolérance analytique et suivi qualité).

### **3.3. Composition des films avant traitement**

Le pétitionnaire liste les substances entrant dans la composition des films BTTX, BZN, BFF et OXBTEC. Au regard des informations figurant dans le dossier initial, le GT ESPA a souhaité recevoir des informations complémentaires concernant quelques additifs. Ces informations ont été apportées par le pétitionnaire en février 2015, puis expertisées par le GT ESPA, qui les a jugées recevables.

### 3.4. Calcul de la migration totale des constituants soumis à « Limite de Migration Spécifique »

A partir des caractéristiques physico-chimiques figurant dans le rapport initial et des informations complémentaires fournies par le pétitionnaire, le GT ESPA a procédé au calcul des valeurs de migration totale des monomères et des additifs déclarés par les fournisseurs de matières premières. Lors de son expertise, il a également pris en compte l'usage cumulé d'un même additif pour vérifier la conformité du matériau final (film étiré réticulé) au regard des limites de migration globale et spécifique.

Pour l'ensemble des substances, les valeurs calculées se sont toutes avérées inférieures aux seuils réglementaires autorisés.

### 3.5. Etude de l'inertie des matériaux après traitement

#### 3.5.1. Analyse de migration globale

Les analyses ont été effectuées sur les films primaires, c'est-à-dire sur les films réticulés et non bi-étirés (stade de production des films avant bi-étirage). A ce stade, les matériaux présentent des épaisseurs très largement supérieures aux films finaux (rapport 20 à 30). Le pétitionnaire justifie ce choix par une recherche de produits générés par le traitement de réticulation.

Les analyses de migration globale ont été conduites par un laboratoire accrédité.

Les simulants utilisés pour les analyses de migration globale sont ceux prévus par le règlement (UE) n°10/2011 pour les catégories de denrées alimentaires objets de la demande (éthanol 10%, acide acétique 3% et huile d'olive). Pour l'un des films, les analyses avec l'huile d'olive se sont avérées non reproductibles. Le laboratoire a choisi d'utiliser un simulant de substitution (isooctane) pour réaliser les essais, et a argumenté ce choix dans ses réponses à la demande de complément d'information.

Les conditions de contact utilisées correspondent à celles préconisées par le règlement (UE) n°10/2011 (10 jours à 40°C ou 2 jours à 20°C dans le cas de l'emploi de l'isooctane).

Les essais réalisés selon les normes de la série EN 1186-1, 2, 3 et 14, ont révélé, pour tous les échantillons, des valeurs de migration inférieures à la limite autorisée de 10 mg/dm<sup>2</sup> de matériau.

#### 3.5.2. Identification des produits de dégradation liés au traitement et analyse de leurs migrations

Le GT ESPA valide la stratégie analytique proposée par le pétitionnaire. Celle-ci permet au pétitionnaire d'identifier et de quantifier des substances néoformées à un niveau d'exposition a *minima* égale à 0,84 µg/personne/jour.

La recherche des produits de dégradation a été réalisée en comparant les substances identifiées dans les gaines épaisses avant et après traitement, puis dans les films fins obtenus après gonflage de la gaine pour confirmation.

Le GT ESPA juge cette approche satisfaisante car il estime que le procédé de gonflage de la gaine n'a pas d'influence sur l'apparition de substances néoformées.

Suite au traitement ionisant, les antioxydants initialement présents dans le matériau sont peu ou pas détectés.

Les analyses ont par contre mis en évidence la présence de deux composés néoformés issus du traitement ionisant, à savoir le 1,3-di-*tert*-butylbenzène et un composé alkylé du 2,6-di-*tert*-butylphénol.

Les éléments de preuve relatifs à l'identification de ces substances néoformées et les explications fournies par le pétitionnaire sur les mécanismes de dégradation des antioxydants ont été jugés satisfaisants par le GT ESPA.

### 3.5.3. Analyse des migrants après contact avec les différents simulants

Les analyses de migration des substances néoformées ont été réalisées dans les conditions suivantes :

- 2 jours à 20°C pour l'isooctane ;
- 10 jours à 60°C pour l'éthanol à 10%, l'éthanol à 95%, l'acide acétique 3%.

Au regard des recommandations figurant dans la directive 82/711/CEE, le GT ESPA valide le choix de ces conditions d'essais, l'utilisation de l'isooctane et de l'éthanol à 95% comme simulants de substitution à l'huile, se justifiant compte tenu des difficultés analytiques rencontrées pour doser les antioxydants ou leurs produits de dégradation dans une huile végétale.

Les produits de dégradation des deux antioxydants ne sont pas détectés dans l'éthanol à 10% et dans l'acide acétique 3% au seuil de 5 µg/dm<sup>2</sup> soit 30 µg/kg d'aliment (Gaines et films).

Par contre, le 1,3 di-*tert*-butylbenzène et le composé alkylé du 2,6 di-*tert*-butylphénol migrent dans l'isooctane et dans l'éthanol à 95%. Dans le pire des cas (isooctane), et dans des gaines épaisses, la migration est de 123 µg/dm<sup>2</sup> pour le 1,3 di-*tert*-butylbenzène (soit 0,74 mg/kg d'aliment) et de 142 µg/dm<sup>2</sup> (soit 0,85 mg/kg d'aliment) pour le composé alkylé du 2,6 di-*tert*-butylphénol.

En ce qui concerne les migrations à partir des films, les valeurs trouvées dans l'isooctane et l'éthanol à 95% pour les deux substances sont plus faibles et représentent au maximum entre 2 µg/dm<sup>2</sup> et 3 µg/dm<sup>2</sup> soit entre 0,012 mg/kg et 0,018 mg/kg d'aliment.

### 3.6. Concernant les tests organoleptiques

Afin de vérifier l'absence d'altération des propriétés organoleptiques des aliments par les matériaux traités, le pétitionnaire a mené une série de tests selon la norme ISO 13302 (Méthodes pour évaluer les modifications de la flaveur des aliments causées par l'emballage), sur des gaines non réticulés et réticulés (produits intermédiaires). Lors de ces essais, deux simulateurs d'aliments ont été utilisés (de l'eau minérale et du beurre).

Lors de son expertise, le GT ESPA n'a pu se prononcer sur l'inertie organoleptique d'une des gaines traitées (produit intermédiaire), et a formulé une demande de complément d'information.

En réponse, le pétitionnaire a procédé à des tests sensoriels de discrimination sur le film commercialement disponible (produit final).

Au regard des nouvelles données présentées, le GT ESPA a pu conclure à l'inertie sensorielle du produit final.

### 3.7. Concernant les données toxicologiques relatives aux substances néoformées

Lors de l'examen des données toxicologiques relatives aux substances néoformées (1,3-di-*tert*-butylbenzène et le composé alkylé du 2,6-di-*tert*-butylphénol), une alerte structurale de « DNA binding » a été émise pour le 1,3-di-*tert*-butylbenzène avec les logiciels de modélisation SAR (Relation Structure-Activité) suivants : Toxtree (v.2.6.6) et OECD QSAR ToolBox (v.2.2.1.1120). Cependant, aucune alerte de mutagénèse n'apparaissait avec ces logiciels, ni avec d'autres logiciels SARs tels que DEREK Nexus, Sarah, CAESAR (v. 2.1.10).

En se référant aux lignes directrices en vigueur concernant les matériaux plastiques traités par rayonnements ionisants et destinés au contact de denrées alimentaires (avis de l'AFSSA du 06 février 2006), en l'absence de données publiées sur la substance démontrant l'absence d'effet génotoxique (comme c'est le cas pour le 1,3-di-*tert*-butylbenzène) et lorsque le niveau d'exposition théorique (NET) est compris entre 0,5 et 50 µg/personne/jour, le dossier toxicologique à fournir doit comprendre 3 tests de génotoxicité *in vitro*. Néanmoins, en se reportant à l'avis plus récent de l'EFSA relatif à la « Stratégie des études de génotoxicité dans l'évaluation de la sécurité en alimentation humaine et animale » (EFSA, 2011), est recommandée en première intention la réalisation d'une batterie de 2 tests *in vitro* comprenant un test de mutation génique sur bactéries (OECD TG 471) et un test *in vitro* du micronoyau (OECD TG 487).

Suite à une demande de complément d'information adressée au pétitionnaire, celui-ci a apporté les éléments suivants :

L'alerte SAR (relation structure-activité) « DNA binding » mise en évidence par le rapporteur est en lien avec une réaction de type « Michael accepteurs ». Le pétitionnaire apporte des éléments de chimie réactionnelle et de métabolisation d'où il ressort que les 2 chaînes latérales *tert*-butyl du 1,3 di-*tert*-butylbenzène provoquent un fort encombrement stérique, empêchant ainsi l'époxydation du noyau benzénique. Le pétitionnaire conclut que la formation de composés quinoniques « Michael accepteurs » est hautement improbable dans le cas du 1,3 di-*tert*-butylbenzène.

Par ailleurs, sur la base des données de consommation de l'EFSA (EFSA Comprehensive European Food Consumption Database) et de l'étude INCA 2, le pétitionnaire a calculé des niveaux d'exposition au 1,3 di-*tert*-butylbenzène (sur une autre base que celle du calcul du NET). Il apparaît que hormis un cas à 0,8 µg/personne/jour, les niveaux d'exposition sont inférieurs au seuil défini dans le cadre du concept de seuil de préoccupation toxicologique (TTC – Threshold of Toxicological Concern) pour les composés génotoxiques et fixé à 0,15 µg/personne/jour.

En considérant l'ensemble des données fournies par le pétitionnaire, le GT ESPA considère que ces arguments sont recevables.

### **3.8. Conclusions du GT ESPA**

Au regard des informations fournies par le pétitionnaire, et considérant le niveau d'exposition théorique des consommateurs au 1,3 di-*tert*-butylbenzène, le GT ESPA considère peu probable que les films BTTX, BZN, BFF et OXBTEC, dans les conditions d'utilisation décrites dans le dossier puissent constituer un risque sanitaire pour le consommateur.

## **4. CONCLUSIONS DE L'ANSES**

L'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail, sur la base des conclusions du GT ESPA, que les films BTTX, BZN, BFF et OXBTEC, dans les conditions d'utilisation décrites dans le dossier présentent un risque sanitaire négligeable pour le consommateur.

**La Directrice générale suppléante**

**Caroline GARDETTE**

## **MOTS-CLES**

Matériaux ionisés ; Rayonnements ionisants ; Plastiques ; Néoformés

## **BIBLIOGRAPHIE**

Afssa (2006). Avis du 6 février 2006 relatif à la constitution des dossiers d'évaluation des risques sanitaires liés à l'emploi de matériaux plastiques traités par rayonnement ionisants et destinés au contact des denrées alimentaires :Lignes directrices (saisine 2004-SA-0209).

Arrêté du 12 août 1986 relatif au traitement par rayonnements ionisants des matériaux et objets mis ou destinés à être mis au contact des denrées, produits et boissons destinés à l'alimentation.

Arrêté du 23 juin 2006 modifiant l'arrêté du 12 août 1986 relatif au traitement par rayonnements ionisants des matériaux et objets mis ou destinés à être mis au contact des denrées, produits et boissons destinés à l'alimentation.

Directive du 18 octobre 1982 établissant les règles de base nécessaires à la vérification de la migration des constituants des matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires (82/711/CEE)

EFSA Scientific Committee; Scientific Opinion on genotoxicity testing strategies applicable to food and feed safety assessment. EFSA Journal 2011;9(9):2379. [68 pp.]

Règlement (UE) n°10/2011 de la Commission du 14 janvier 2011 concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires.