
**Cosmétiques — Méthodes d'analyse
— Mesurage des éléments traces
métalliques par ICP-MS dans les
produits cosmétiques finis**

*Cosmetics — Analytical methods — Measurement of traces of heavy
metals in cosmetic finished products using ICP/MS technique*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 21392:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21392:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage et équipement	2
7 Préparation des solutions étalons	4
7.1 Généralités	4
7.2 Acide nitrique dilué	4
7.3 Solution de dilution	4
7.4 Solutions d'étalon interne	4
7.4.1 Généralités	4
7.4.2 Solution étalon de rhodium, 1 mg/l	5
7.4.3 Solution étalon de lutétium, 1 mg/l	5
7.5 Solutions étalons	5
7.5.1 Généralités	5
7.5.2 Solution étalon mixte à haute concentration, 10 mg/l	5
7.5.3 Solution étalon mixte à basse concentration, 0,1 mg/l	5
7.6 Solution de blanc d'étalonnage	5
7.7 Solutions d'étalonnage	5
8 Mode opératoire	6
8.1 Préparation des échantillons	6
8.2 Digestion sous pression	6
8.2.1 Généralités	7
8.2.2 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas général	7
8.2.3 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas particuliers	7
8.2.4 Mode opératoire de digestion par micro-ondes	7
8.2.5 Préparation des solutions de mesurage	8
8.3 Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif	8
8.3.1 Conditions de fonctionnement ICP-MS	8
8.3.2 Quantification des analytes par ICP-MS	9
8.4 Contrôle qualité (CQ) de l'analyse	10
8.4.1 Généralités	10
8.4.2 Au cours de la digestion	11
8.4.3 Au cours de l'analyse	12
8.4.4 Exemple de séquence ICP-MS	12
9 Calculs	13
10 Performance de la méthode	13
11 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Performance de la méthode déterminée par l'approche du profil d'exactitude	15
Annexe B (informative) Évaluation de la méthode au moyen de l'approche statistique de l'ISO 5725	23
Bibliographie	31

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).

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).

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 392, *Cosmétiques*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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.

Introduction

Le présent document spécifie un mode opératoire d'analyse pour le dosage, dans les produits cosmétiques finis, des teneurs en éléments traces métalliques (par exemple: chrome, cobalt, nickel, arsenic, cadmium, antimoine et plomb) par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS), après digestion sous pression de l'échantillon. Ce type de mode opératoire d'analyse fait l'objet de nombreuses descriptions dans d'autres domaines tels que l'environnement[9][10][11], l'alimentation[9][10][11] et l'industrie pharmaceutique[12][13][14][15]. Alors qu'il maximalise la détection des teneurs en éléments traces présents dans les produits cosmétiques, il ne fournit aucune méthodologie pour évaluer directement l'exposition systémique des consommateurs.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21392:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021>

Cosmétiques — Méthodes d'analyse — Mesurage des éléments traces métalliques par ICP-MS dans les produits cosmétiques finis

1 Domaine d'application

Le présent document fournit une méthode de quantification des teneurs en éléments traces métalliques dans les produits cosmétiques.

Le présent document ne traite que du chrome, du cobalt, du nickel, de l'arsenic, du cadmium, de l'antimoine et du plomb. La méthode peut s'appliquer à d'autres éléments, cependant, il incombe à l'analyste de démontrer qu'elle est adaptée aux fins recherchées.

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 <http://www.electropedia.org/>

3.1

gamme de validation

gamme s'étendant de la concentration la plus haute à la concentration la plus basse des échantillons utilisés pour l'évaluation de la méthode

3.2

gamme validée

gamme de concentrations située entre les niveaux supérieur et inférieur, pour laquelle il a été démontré que la performance de la méthode est conforme aux exigences de ladite méthode

4 Principe

Les teneurs en éléments traces métalliques dans les produits cosmétiques sont quantifiées au moyen du mesurage par ICP-MS des solutions obtenues par digestion de ces produits. La digestion est effectuée avec des acides minéraux dans des récipients hermétiquement clos, chauffés à 200 °C par micro-ondes, ce qui génère des pressions élevées.

Le mode opératoire de préparation des échantillons fait intervenir un mélange acide nitrique/acide chlorhydrique dans lequel les ingrédients cosmétiques sont digérés, ce qui permet de solubiliser les teneurs en éléments traces métalliques en vue de leur mesurage. Il est possible que certains ingrédients

cosmétiques inorganiques, tels que la silice ou le dioxyde de titane, ne soient pas complètement digérés dans les conditions fixées par le présent document et que les éléments traces métalliques contenus dans ces ingrédients ne soient pas totalement extraits. Toutefois, les teneurs en éléments traces métalliques piégés dans ces matériaux inorganiques ne sont pas considérées comme ayant une incidence significative sur le niveau d'exposition des consommateurs à ces éléments traces métalliques. L'utilisation de l'ICP-MS garantit une mesure fiable des teneurs en éléments traces métalliques, grâce à ses sensibilité et sélectivité élevées reconnues.

Afin d'obtenir des résultats comparables, il est impératif de respecter toutes les conditions fixées concernant la digestion des échantillons.

5 Réactifs

Il doit être pris soin de s'assurer que le bruit de fond analytique des réactifs et de l'eau utilisés est négligeable et n'interfère pas avec l'analyse. Sauf spécification contraire, les solutions sont des solutions aqueuses.

5.1 Eau, de qualité 1 conformément à l'ISO 3696 (conductivité inférieure à $0,1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ à 25°C ^[16]).

5.2 Acide nitrique, $w = 60\%$ au minimum, masse volumique = $1,38 \text{ g/ml}$, adapté pour les analyses par ICP-MS.

5.3 Acide chlorhydrique, $w = 30\%$ au minimum, masse volumique = $1,15 \text{ g/ml}$, adapté pour les analyses par ICP-MS.

5.4 Solutions mères d'étalon interne

Se référer aux spécifications des fournisseurs pour ce qui concerne les conditions de stockage et de stabilité des solutions mères d'étalon interne. Il convient que la solution d'étalon interne présente une certaine teneur en matériau de référence certifié (MRC) ou en matériau traçable à une teneur en matériau de référence certifiée.

ISO 21392:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/47b70f17-ec3b-498b-a90b-f382d9d63198/iso-21392-2021>

5.4.1 Solution mère de rhodium, $1\,000 \text{ mg/l}$.

5.4.2 Solution mère de lutétium, $1\,000 \text{ mg/l}$.

5.5 Solutions mères d'analytes [chrome (Cr), cobalt (Co), nickel (Ni), arsenic (As), cadmium (Cd), antimoine (Sb) et plomb (Pb)], $1\,000 \text{ mg/l}$ pour chaque élément.

Des solutions mères disponibles dans le commerce et présentant une teneur connue en MRC ou en matériau traçable à un MRC peuvent être utilisées, qu'elles soient mono- ou multi-élémentaires. Les solutions mères utilisées ne doivent pas contenir d'éléments susceptibles d'interférer avec les analytes à quantifier.

5.6 Solution de réglage de l'ICP-MS, contenant, par exemple, Ce, Co, Li, Mg, Tl ou Y ($1 \mu\text{g/l}$), conformément aux recommandations du fabricant de l'appareil.

6 Appareillage et équipement

Tous les appareils et équipements entrant directement en contact avec l'échantillon ou les solutions doivent être prénettoyés à l'acide nitrique dilué (voir 7.2) et rincés à l'eau ultrapure (5.1) afin de garantir un bruit de fond analytique le plus faible possible. Pour éviter toute contamination et adsorption, ne pas utiliser d'équipements de laboratoire en verre borosilicaté.

6.1 Récipients pour la digestion

6.1.1 Cas général

Utiliser des récipients sous pression et des inserts disponibles dans le commerce, dont la sécurité a été contrôlée et constitués de matériaux résistants aux acides et à faible contamination. Les récipients assemblés doivent être en mesure de supporter, en toute sécurité, des températures jusqu'à au moins 200 °C et des pressions jusqu'à au moins 40 bar.

Il est recommandé que le récipient utilisé pour la digestion soit dédié uniquement aux analyses cosmétiques, afin de réduire au minimum les contaminations croisées. De plus, les récipients pour la digestion doivent toujours être soigneusement lavés après chaque utilisation. Après la digestion d'échantillons fortement chargés, il est recommandé d'effectuer une digestion à blanc dans les mêmes conditions que celles indiquées dans le présent document, afin de nettoyer les récipients avant de procéder à la digestion des échantillons suivants.

6.1.2 Précautions particulières relatives à la quantification de l'antimoine

Il a été observé que l'antimoine présente une tendance à l'adsorption sur la surface interne des parois des récipients et, empiriquement, il est admis que l'adsorption se produit plus fréquemment lorsque les récipients sont utilisés pendant de longues périodes.

Utiliser uniquement des récipients de digestion présentant une rugosité de surface minimale, afin d'éviter que l'antimoine adhère à la surface du récipient^{[7],[16]}. Un examen rigoureux des récipients doit être effectué avant leur utilisation en vue de contrôler la présence éventuelle de rayures, de dégradations ou de dépôts. En cas de doute quant à l'intégrité de la surface interne des récipients, envisager de les remplacer par des récipients de digestion neufs.

Il a été constaté que ce problème se produit plus fréquemment en cas d'utilisation de récipients de digestion en polytétrafluoroéthylène, car ils peuvent être facilement endommagés. L'utilisation de contenants en quartz est recommandée, car ils sont généralement plus résistants à l'attrition. Les dégradations sont également plus facilement détectables en raison de leur transparence. Toutefois, les récipients en polytétrafluoroéthylène ne présentant ni rayure ni détérioration de leur surface interne ni aucun dépôt sont appropriés.

En cas de doute quant à l'adsorption éventuelle d'antimoine sur les parois des récipients (par exemple, si des écarts importants par rapport à la valeur cible sont observés), un essai de contrôle est décrit en [8.4.2](#).

6.2 Instruments de digestion assistée par micro-ondes

Les systèmes de chauffage par micro-ondes doivent être équipés d'un dispositif de mesure de la température qui permet également de régler la puissance des micro-ondes. Étalonner le capteur de température avant utilisation ou au moins une fois par an.

6.3 Filtre à membrane, taille de pore: 0,45 µm

Le filtre à membrane utilisé doit être approprié pour les analyses d'éléments traces inorganiques. Il doit être inerte par rapport à la concentration en acide de la solution de mesurage et ne doit provoquer ni contamination de la solution de mesurage ni adsorption des analytes. Les membranes disponibles dans le commerce sont constituées de divers types de matériaux [polytétrafluoroéthylène (PTFE), polypropylène (PP), etc.] et leur aptitude à l'usage prévu doit être vérifiée au moyen de mesures appropriées (blancs, échantillons de contrôle qualité, etc.).

6.4 ICP-MS

Le spectromètre de masse à plasma d'argon à couplage inductif est composé d'une zone d'introduction de l'échantillon et d'un système d'atomisation, ainsi que d'une unité de commande et d'évaluation de l'instrument. Pour éviter les interférences sur les masses des éléments traces métalliques chrome,

nickel, cobalt, arsenic et cadmium, utiliser un spectromètre de masse capable de neutraliser ou de réduire au minimum ces interférences (par exemple, avec cellule de collision et/ou de réaction, résolution supérieure à 3 000, ou encore formules correctives pour les concentrations plus élevées).

7 Préparation des solutions étalons

7.1 Généralités

Pour toutes les solutions, la terminologie "partie" dans l'étalon fait référence au volume ou au poids. Cela signifie que les étalons et les échantillons peuvent être dilués en volume ou en poids. Toutefois, il convient d'être cohérent dans le traitement des étalons et des échantillons.

7.2 Acide nitrique dilué

Obtenu en mélangeant de l'acide nitrique (5.2) avec de l'eau pure (5.1) selon une proportion d'environ 1 + 9 parts, respectivement.

7.3 Solution de dilution

La solution de dilution doit présenter la même composition acide (teneur totale et proportion d'acide) que la solution d'analyse (solution de digestion diluée). Il convient que cette solution contienne:

- 2,5 parts d'acide nitrique (5.2);
- 0,5 part d'acide chlorhydrique (5.3);
- 97 parts d'eau (5.1).

7.4 Solutions d'étalon interne

7.4.1 Généralités

Il convient que les étalons internes (EI) sélectionnés couvrent toute la gamme de masses des analytes étudiés et présentent une énergie d'ionisation similaire à l'élément trace métallique pour lequel ils sont utilisés à des fins de correction. Il doit également être vérifié que la concentration intrinsèque des étalons internes à analyser est négligeable et qu'ils ne subissent pas d'interférences de la part des constituants de l'échantillon.

Le rhodium et le lutétium se sont avérés être des étalons internes (EI) appropriés. Il convient de vérifier que les échantillons en présentent des concentrations intrinsèques négligeables et que les constituants de l'échantillon n'interfèrent pas avec eux.

Le rhodium est approprié pour le dosage du chrome, du cobalt, du nickel, de l'arsenic, du cadmium et de l'antimoine, tandis que le lutétium est approprié pour le dosage du plomb. En variante, d'autres éléments peuvent être utilisés (par exemple, l'indium ou l'iridium). Le scandium, quant à lui, n'est pas un EI approprié en raison de ses interférences avec le calcium. Les EI de masse (m/z) inférieure à 100 ne sont pas recommandés, car ils peuvent être interférés par des composants de la matrice.

Les solutions d'étalon interne peuvent être ajoutées à chaque échantillon et à la solution d'étalonnage à la même concentration, ou peuvent être introduites en ligne au moyen d'un raccord en Y connecté à un tube de pompage.

La concentration des solutions d'étalon interne doit être comprise entre 1 mg/l et 2 mg/l. En 7.4.2 et 7.4.3, tous les calculs ont été effectués sur la base d'une concentration de 1 mg/l.

7.4.2 Solution étalon de rhodium, 1 mg/l

Diluer la solution mère de rhodium (5.4.1), 1 + 999, avec la solution de dilution (voir 7.3). Cette solution d'étalon interne demeure stable à température ambiante pendant 6 mois.

L'indium ou l'iridium peuvent également être utilisés comme étalons internes.

7.4.3 Solution étalon de lutétium, 1 mg/l

Diluer la solution mère de lutétium (5.4.2), 1 + 999, avec la solution de dilution (voir 7.3). Cette solution d'étalon interne demeure stable à température ambiante pendant 6 mois.

L'indium ou l'iridium peuvent également être utilisés comme étalons internes.

7.5 Solutions étalons

7.5.1 Généralités

Les concentrations de ces solutions étalons sont données à titre d'exemple et il convient de les adapter aux conditions spécifiques des laboratoires.

7.5.2 Solution étalon mixte à haute concentration, 10 mg/l

Procéder à une dilution au centième des solutions mères d'analytes (5.5), en ajoutant:

- dans le cas de solutions mères mono-élémentaires, 1 part de chacune des 7 solutions pour 93 parts de solution de dilution (voir 7.3);
- dans le cas d'une solution mère multi-élémentaire, 1 part de cette solution pour 99 parts de solution de dilution (voir 7.3).

Cette solution étalon à haute concentration demeure stable à température ambiante pendant 6 mois.

7.5.3 Solution étalon mixte à basse concentration, 0,1 mg/l

Procéder à une dilution au centième de la solution étalon à haute concentration (voir 7.5.2), en ajoutant 1 part de cette solution à 99 parts de la solution de dilution (voir 7.3). Cette solution étalon à basse concentration demeure stable à température ambiante pendant 3 mois.

7.6 Solution de blanc d'étalonnage

La solution de blanc d'étalonnage consiste en une solution ne contenant aucun des analytes étudiés. Il s'agit généralement de la solution de dilution présentant une concentration adéquate des étalons internes appropriés, s'ils ne sont pas introduits en ligne au moyen d'un raccord en Y au cours du mesurage.

7.7 Solutions d'étalonnage

Les solutions d'étalonnage mixtes sont préparées en diluant la solution étalon mixte à basse concentration (voir 7.5.3) avec la solution de dilution (voir 7.3) à des niveaux situés dans la gamme linéaire de l'instrument et dans la gamme de concentrations cibles. Introduire une concentration adéquate des étalons internes appropriés ou ajouter les étalons internes en ligne, par pompage dans le flux d'échantillon au moyen d'un raccord en Y. Il convient de préparer au moins 3 solutions d'étalonnage de différentes concentrations. Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées le jour même.

Des exemples de modes opératoires de préparation de solutions d'étalonnage sont détaillés dans le [Tableau 1](#) (avec ajout des étalons internes dans toutes les solutions d'étalonnage) et dans le [Tableau 2](#) (avec ajout en ligne des étalons internes au moyen d'un raccord en Y).