
**Cosmétiques — Méthodes d'analyse
— Dosage direct des traces de
mercure dans les cosmétiques
par décomposition thermique et
spectrométrie d'absorption atomique
(analyseur de mercure)**

*Cosmetics — Analytical methods — Direct determination of traces
of mercury in cosmetics by thermal decomposition and atomic
absorption spectrometry (mercury analyser)*

ISO 23674:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3fb232f-d94d-40ed-a234-88fb45415c9e/iso-23674-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23674:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3fb232f-d94d-40ed-a234-88fb45415c9e/iso-23674-2022>



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
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	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage et équipement	2
7 Étalonnage	3
7.1 Généralités	3
7.2 Étalons liquides	3
7.3 Étalons solides	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Généralités	5
8.2 Préparation des échantillons	5
8.2.1 Recommandations générales	5
8.2.2 Généralités sur les échantillons	5
9 Paramètres de l'instrument	5
10 Contrôle qualité de l'analyse	6
10.1 Généralités	6
10.2 Procédure de contrôle qualité	6
10.2.1 Blancs d'analyse	6
10.2.2 Échantillons de contrôle qualité	6
10.2.3 Réplicats	7
11 Calcul	7
12 Performances de la méthode	7
13 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Performances de la méthode déterminées par la méthode du profil d'exactitude	8
Annexe B (informative) Résultats de l'essai collaboratif commun aux normes ISO 23674 et ISO 23821	13
Bibliographie	16

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/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 a été élaboré en parallèle avec l'ISO 23821.^[1] C'est la raison pour laquelle un essai interlaboratoires appliquant soit l'une, soit l'autre méthode a été réalisé sur des produits cosmétiques identiques spécialement fabriqués à cet effet, afin de démontrer que les deux méthodes satisfaisaient aux mêmes exigences (voir l'[Annexe B](#)).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23674:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3fb232f-d94d-40ed-a234-88fb45415c9e/iso-23674-2022>

Cosmétiques — Méthodes d'analyse — Dosage direct des traces de mercure dans les cosmétiques par décomposition thermique et spectrométrie d'absorption atomique (analyseur de mercure)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un mode opératoire d'analyse pour le dosage direct des traces de mercure dans les produits cosmétiques finis par décomposition thermique – spectrométrie d'absorption atomique (analyseur de mercure).

Le présent document a pour but de fournir un mode opératoire pour la quantification des traces de mercure dans les produits cosmétiques auxquelles les consommateurs sont susceptibles d'être exposés lors de leur utilisation. Cette méthode décrit le dosage des traces de mercure dans les cosmétiques par analyse solide directe sans nécessiter de digestion préalable. Le mercure total (à la fois les espèces inorganiques et organiques) peut être quantifié aussi bien dans des échantillons solides que liquides.

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

3.1

gamme de validation

gamme allant de la concentration la plus élevée à la moins élevée des échantillons utilisés pour l'évaluation de la méthode

3.2

gamme validée

gamme de concentrations entre les niveaux supérieur et inférieur, au sein de laquelle il a été démontré que les performances de la méthode sont conformes aux exigences de la méthode

Note 1 à l'article: Il ne faut pas confondre la gamme validée avec la *gamme de validation* (3.1), la première pouvant être plus réduite.

4 Principe

La méthode décrite utilise des instruments intégrés permettant la quantification des traces de mercure. Des échantillons sont pesés sans qu'aucune préparation chimique ne soit nécessaire, car ils sont décomposés thermiquement dans l'instrument (brûlés ou réduits en cendres) dans un flux d'oxygène à haute température (entre 650 °C et 900 °C). Les gaz de combustion circulent dans un tube catalyseur réglé à environ 615 °C. Cette étape garantit la conversion des composés interférents en des formes qui n'entraînent aucune interférence et qui sont ensuite éliminées. La vapeur de mercure qui en résulte est enrichie sur un amalgamateur d'or en aval et elle est ensuite libérée sous forme de vapeur atomique par chauffage rapide de l'amalgamateur à une température de 800 °C à 900 °C. La vapeur atomique est transférée dans un système de cuvette de mesure. La quantification se fait grâce à l'absorption à 253,7 nm. Une large gamme dynamique peut être obtenue en faisant passer simultanément les vapeurs de mercure dans des cellules de mesure de longueurs différentes.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels dangereux. Le présent document n'aborde pas tous les risques de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'analyste de prendre toutes les mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel avant d'appliquer le présent document.

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

5.2 Acide chlorhydrique, fraction massique minimale $w = 30 \%$, masse volumique = 1,15 g/ml, adapté pour une analyse élémentaire.

5.3 Acide chlorhydrique dilué, obtenu en mélangeant de l'acide chlorhydrique (5.2) avec de l'eau ultrapure (5.1) selon un rapport d'environ 1 + 9, respectivement.

5.4 Acide nitrique dilué, préparé en diluant de l'acide nitrique de fraction massique minimale $w = 60 \%$, de masse volumique = 1,15 g/ml, adapté pour une ICP-MS avec de l'eau pure (5.1) selon un rapport de 1 + 9 respectivement.

Si l'acide nitrique dilué^[2] est choisi pour diluer les solutions mères d'analyte, il est recommandé d'ajouter de la L-cystéine à 0,1 g/l^[3].

5.5 Solutions mères étalons d'analyte (mercure), à 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (disponibles dans le commerce).

5.6 Solutions mères étalons d'analyte (mercure), à 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ [disponibles dans le commerce ou fraîchement préparées par dilution, dans le même milieu de dilution (5.3 ou 5.4) que les solutions d'étalonnage, d'une solution plus concentrée, par exemple à 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ comme en 5.5].

Les solutions mères étalons d'analyte 5.5 ou 5.6 peuvent être utilisées pour le présent document en fonction de leur disponibilité sur le marché local. Les recommandations du fournisseur des solutions mères concernant la stabilité (date de péremption et conditions de stockage) doivent être respectées pour éviter toute perte de mercure.

6 Appareillage et équipement

Il convient que tous les appareils et équipements entrant en contact direct avec les échantillons ou les solutions soient pré-nettoyés avec de l'acide chlorhydrique dilué (5.3) et rincés à l'eau ultrapure (5.1) afin de garantir le plus faible bruit de fond analytique possible. Pour éviter toute contamination ou adsorption, ne pas utiliser de matériel de laboratoire en verre borosilicaté. L'utilisation d'acide nitrique dilué (5.4) est aussi permise. Pour vérifier l'efficacité de l'étape de nettoyage, un mesurage à blanc peut être réalisé avant la séquence analytique.

Un analyseur de mercure élémentaire avec une unité de contrôle de l'instrument et des récipients pour échantillons constitués d'un matériau adapté (par exemple nickel, quartz ou céramique) sont utilisés. Les récipients pour échantillons ont généralement une capacité d'environ 500 mg d'échantillon solide ou de 500 µl, 1 000 µl et 1 500 µl pour les liquides. Les analyseurs de mercure sont munis d'une lampe spécifique pour l'élément mercure. La raie du mercure située à 253,7 nm est utilisée.

De nombreux instruments de plusieurs marques, souvent vendus sous l'appellation «analyseurs de mercure», sont disponibles sur le marché. La liste des instruments qui ont été utilisés pour l'essai interlaboratoires afin de valider le présent document est fournie dans l'[Annexe A](#).

7 Étalonnage

7.1 Généralités

Le but de cette étape est de tracer une courbe d'étalonnage en introduisant dans l'instrument des quantités croissantes de mercure. Cette courbe d'étalonnage permet d'obtenir la réponse de l'instrument en fonction de la quantité de mercure (en ng). Au moins 5 étalons doivent être utilisés dans une gamme incluant les quantités attendues de mercure dans les échantillons. L'étalonnage de l'instrument reste stable et n'est pas obligatoire avant chaque série d'analyses à condition que les exigences de contrôle qualité (QC) soient respectées ([10.2](#)).

En raison de la spécificité de la technique vis-à-vis de l'élément mercure, le mesurage des traces de mercure dans les échantillons est peu influencé par des interférences et des effets de matrice. Étant donné que la technique est relativement peu sensible au type de matrice, l'étalonnage peut être réalisé avec des étalons connus qu'ils soient liquides (voir [7.2](#)) ou solides (voir [7.3](#)) internes. La teneur en humidité et en matière organique peut toutefois influencer sur la quantification. De telles différences entre l'étalon et les échantillons cosmétiques doivent être neutralisées. Pour les différences de teneur en humidité, optimiser les durées de séchage. Pour les différences de quantité de matière organique à brûler, optimiser la durée et la température de combustion. Pour les différences en matière d'interférents, optimiser la durée nécessaire à la conversion catalytique des éléments nécessitant une conversion catalytique en une forme chimique qui n'interfère pas avec la détection du mercure.

7.2 Étalons liquides

Il convient de préparer les solutions d'étalonnage dans de l'acide chlorhydrique dilué ([5.3](#)) ou de l'acide nitrique dilué contenant de la L-cystéine ([5.4](#)) afin de garantir la stabilité du mercure. Par commodité pour le laboratoire, les solutions d'étalonnage peuvent être préparées dans d'autres solutions de mélanges acides, à condition que l'opérateur vérifie la stabilité du mercure dans la solution concernée. Il convient de préparer des solutions d'étalonnage fraîches à chaque fois qu'un étalonnage est nécessaire. Deux modes opératoires d'étalonnage par des solutions étalons sont possibles:

- Introduire des quantités croissantes de mercure à volume constant en utilisant des concentrations croissantes de solution étalon (voir le [Tableau 1](#)).
- Introduire des quantités croissantes de mercure en utilisant des volumes croissants d'une ou plusieurs solutions étalons ayant une concentration en mercure donnée (voir le [Tableau 2](#)).

Des exemples de ces deux méthodes de réalisation de l'étalonnage sont donnés ci-après.

Tableau 1 — Exemple de mode opératoire d'étalonnage avec des volumes constants de solutions étalons de concentrations différentes

Étalon liquide	Part de solution mère à 10 µg/g (ml) (5.6)	Part de solution de dilution (ml) (5.3 ou 5.4)	Concentration en mercure en µg/g (ppm) dans les étalons liquides	Quantité de mercure dans la nacelle (ng)
Blanc d'étalonnage	—	10	Blanc	0
Solution d'étalonnage 1	0,01	9,99	0,01	1
Solution d'étalonnage 2	0,02	9,98	0,02	2
Solution d'étalonnage 3	0,05	9,95	0,05	5
Solution d'étalonnage 4	0,1	9,9	0,1	10
Solution d'étalonnage 5	0,2	9,8	0,2	20
Solution d'étalonnage 6	0,5	9,5	0,5	50
Solution d'étalonnage 7	1	9	1	100
Solution d'étalonnage 8	2	8	2	200
Solution d'étalonnage 9	5	5	5	500

Tableau 2 — Exemple de mode opératoire d'étalonnage avec des volumes variables de solutions étalons

Étalon liquide	Part de solution mère à 10 µg/g (ml) (5.6)	Part de solution de dilution (ml) (5.3 ou 5.4)	Concentration en mercure en µg/g (ppm) dans les étalons liquides	Volume chargé dans la nacelle (µl)	Quantité de mercure dans la nacelle (ng)
Blanc d'étalonnage	—	10	Blanc	100	0
Niveau d'étalonnage 1	0,02	9,98	0,02	50	1
Niveau d'étalonnage 2	0,02	9,98	0,02	100	2
Niveau d'étalonnage 3	0,02	9,98	0,02	250	5
Niveau d'étalonnage 4	0,2	9,8	0,2	50	10
Niveau d'étalonnage 5	0,2	9,8	0,2	100	20
Niveau d'étalonnage 6	0,2	9,8	0,2	250	50
Niveau d'étalonnage 7	2	8	2	50	100
Niveau d'étalonnage 8	2	8	2	100	200
Niveau d'étalonnage 9	2	8	2	250	500

Les recommandations du fournisseur des solutions étalons concernant la stabilité (date de péremption et conditions de stockage) doivent être respectées pour éviter toute perte de mercure.

7.3 Étalons solides

Des matériaux de référence certifiés (MRC) solides, ayant des concentrations en mercure connues, peuvent être utilisés pour étalonner l'instrument avant l'analyse des échantillons (voir le [Tableau 3](#)). Étant donné que la technique est relativement peu sensible au type de matrice, ces MRC peuvent être choisis parmi une grande variété de matériaux ne correspondant pas forcément à des matrices cosmétiques (sédiments, pierres, boues d'épuration, etc.).

Pour garantir un comportement d'analyse similaire, il faut choisir des MRC présentant une homogénéité suffisante pour pouvoir utiliser des tailles d'échantillons similaires à celles des échantillons à déterminer.

Tableau 3 — Exemple de mode opératoire d'étalonnage avec des MRC solides

Étalons	Nom	Teneur en mercure dans l'échantillon solide ($\mu\text{g/g}$ - ppm)	Masse approximative de l'étalon solide chargé dans la nacelle (mg)	Quantité approximative de mercure dans la nacelle (ng)
Blanc d'étalonnage	Blanc	0	0	0
Étalon solide 1	SRM 2685c	0,149 4	13,3	2
Étalon solide 2	SRM 2685c	0,149 4	33,5	5
Étalon solide 3	SRM 2685c	0,149 4	66,9	10
Étalon solide 4	SRM 2702	0,447 4	44,7	20
Étalon solide 5	SRM 2702	0,447 4	111,8	50
Étalon solide 6	ERM-EC680m	2,56	39,1	100
Étalon solide 7	ERM-EC680m	2,56	78,1	200
Étalon solide 8	ERM-EC680m	2,56	195,3	500

Les recommandations du fournisseur des matériaux de référence certifiés concernant la stabilité (date de péremption et conditions de stockage) doivent être respectées pour éviter toute perte de mercure. Il est conseillé de choisir un MRC dont la teneur certifiée présente une faible incertitude.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Au cours de toutes les étapes du mode opératoire, des mesures doivent garantir l'absence de pertes de mercure et le maintien de la contamination à des niveaux aussi bas que possible.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3fb232f-d94d-40ed-a234-88fb45415c9e/iso-23674-2022>

8.2 Préparation des échantillons

8.2.1 Recommandations générales

Homogénéiser l'échantillon à l'aide d'un dispositif adapté, nettoyé soigneusement pour éviter toute contamination. S'assurer que la prise d'essai pesée est homogène.

8.2.2 Généralités sur les échantillons

Peser précisément 0,1 g d'échantillon (de 0,05 g à 0,200 g) dans des nacelles. Placer chaque nacelle dans le carrousel de l'instrument.

Certains fournisseurs d'instruments recommandent d'ajouter des additifs (par exemple de l'alumine activée, du carbonate de sodium) aux échantillons pour éviter une pulvérulence potentielle.

9 Paramètres de l'instrument

Les opérateurs doivent suivre les recommandations du fournisseur concernant les paramètres techniques et la maintenance de l'instrument. Le mode opératoire peut être divisé en quatre grandes étapes, à savoir le séchage, la décomposition, la purge et l'amalgame, dont les paramètres peuvent être contrôlés.

Les paramètres de l'instrument peuvent être ajustés par l'opérateur de manière à maximiser l'intensité et la stabilité du signal. Pour ajuster les paramètres de l'instrument, il est recommandé d'utiliser des échantillons ayant des concentrations en traces de mercure connues et d'une nature physico-chimique similaire à l'échantillon qui sera ensuite analysé. Les paramètres de séchage et de décomposition, tels