
**Cosmétiques — Méthodes d'analyse
— Dosage des traces de mercure dans
les cosmétiques par la technique de
spectrométrie d'absorption atomique
(SAA) de vapeur froide après digestion
sous pression**

iTeh STANDARD PREVIEW

(sta

*Cosmetics — Analytical methods — Determination of traces of
mercury in cosmetics by atomic absorption spectrometry (AAS) cold
vapour technology after pressure digestion*

ISO 23821:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-23821-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23821:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-23821-2022>



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	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage et équipement	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Généralités	4
7.2 Préparation des échantillons	4
7.3 Digestion sous pression	4
7.3.1 Généralités	4
7.3.2 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas général	4
7.3.3 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas particuliers	5
7.3.4 Mode opératoire de digestion par micro-ondes	5
7.3.5 Préparation des solutions de mesurage	6
7.4 Spectrométrie d'absorption atomique ([SAA] de vapeur froide)	6
7.4.1 Paramétrage du spectromètre	6
7.4.2 Exemple dans le cas d'un dosage par SAA utilisant la technique de la vapeur froide	6
7.5 Contrôle qualité de l'analyse	6
8 Évaluation	7
8.1 Calculs	7
8.2 Limite de quantification	7
8.3 Fiabilité de la méthode	7
9 Rapport d'essai	8
10 Autres agents stabilisateurs	8
11 Stabilisation de courte durée lors de mesures réalisées avec une solution de permanganate de potassium	9
Annexe A (informative) Performance de la méthode déterminée à l'aide de l'approche statistique de la norme ISO 5725	10
Annexe B (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires commun à la norme ISO 23674^[4] et au présent document	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/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*, en collaboration avec 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/members.html.

Introduction

Le présent document a été élaboré parallèlement à l'ISO 23674. Cela étant, 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 [Annexe B](#)). Cette méthode a été validée au moyen d'un essai interlaboratoires conformément à l'ISO 5725-2^[2], réalisé en utilisant un rouge à lèvres, une lotion corporelle, un dentifrice et un fard à paupières présentant des concentrations en mercure comprises entre 0,110 mg/kg et 5,84 mg/kg. Les données statistiques relatives à cet essai interlaboratoires sont fournies dans le [Tableau A.1 \(Annexe A\)](#).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23821:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-23821-2022>

Cosmétiques — Méthodes d'analyse — Dosage des traces de mercure dans les cosmétiques par la technique de spectrométrie d'absorption atomique (SAA) de vapeur froide après digestion sous pression

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage du mercure dans les cosmétiques par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) de vapeur froide après digestion sous pression.

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

Le présent document ne contient pas de liste de termes et définitions.

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/>

4 Principe

Pour commencer, le produit cosmétique fini est digéré à l'aide d'acides minéraux dans un récipient fermé, à une température et une pression élevées. La digestion sous pression est réalisée à une température de 200 °C, obtenue au moyen d'un chauffage assisté par micro-ondes.

Après digestion des cosmétiques, la concentration en mercure est déterminée par quantification à l'aide de la technique par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) de vapeur froide.

La minéralisation de l'échantillon ne peut pas aboutir à la dissolution sans résidus de tous les cosmétiques, car ils sont de type et de composition divers. Pour obtenir des résultats comparables, il est impératif de se conformer aux conditions spécifiées pour cette méthode.

La solution de mesurage est transférée dans le récipient de réaction de l'unité d'analyse du mercure. De là, le mercure, après réduction à l'aide d'étain divalent ou de borohydrure de sodium, est entraîné dans la cuve du spectromètre d'absorption atomique à l'aide d'un flux de gaz vecteur. L'absorption à la raie du mercure, soit 253,7 nm, est utilisée pour mesure de la concentration en mercure dans la cuve. L'utilisation d'une grille en or/platine (technique de l'amalgame), pour concentrer le mercure entraîné avant le mesurage dans la cuve, permet d'atteindre des limites de quantification (LDQ) plus basses.

5 Réactifs

Les réactifs et l'eau utilisés ne doivent pas contenir de mercure en quantité susceptible de fausser les résultats de l'analyse. Sauf spécification contraire, des produits chimiques de pureté analytique doivent être utilisés et les solutions sont des solutions aqueuses. Utiliser de l'eau de qualité 1 conformément à l'ISO 3696 (conductivité inférieure à 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 25 °C).

5.1 Acide chlorhydrique, fraction massique minimale $w = 30 \%$, masse volumique = 1,15 g/ml, convenant pour l'analyse élémentaire.

5.2 Acide nitrique, fraction massique minimale $w = 65 \%$, masse volumique = 1,4 g/ml, convenant pour l'analyse élémentaire.

5.3 Acide nitrique dilué, obtenu en mélangeant de l'acide nitrique (5.2) avec de l'eau selon un rapport d'environ 1 partie d'acide pour 9 parties d'eau.

5.4 Agents réducteurs, par exemple, chlorure d'étain(II) ou borohydrure de sodium.

L'utilisation alternée des deux agents réducteurs (5.4.1 et 5.4.2) n'est pas recommandée. À ce propos, les instructions appropriées fournies par le fabricant de l'appareil doivent être suivies.

Les concentrations massiques des solutions d'agent réducteur peuvent varier en fonction du système. Les données correspondantes du fabricant de l'appareil doivent être respectées.

5.4.1 Solution de chlorure d'étain(II), par exemple de concentration massique $\rho = 100 \text{ g/l}$.

Peser 50 g de chlorure d'étain(II), $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, dans une fiole jaugée de 500 ml, dissoudre dans environ 100 ml d'acide chlorhydrique (5.1), et compléter au volume avec de l'eau. La solution doit être fraîchement préparée avant utilisation.

5.4.2 Solution de borohydrure de sodium, par exemple de concentration massique $\rho = 30 \text{ g/l}$.

Dissoudre 3 g de borohydrure de sodium et 1 g de granulés d'hydroxyde de sodium dans de l'eau; compléter avec 100 ml d'eau. La solution doit être fraîchement préparée quotidiennement et filtrée avant utilisation.

AVERTISSEMENT — Il est impératif de se conformer aux instructions de sécurité lors de la manipulation du borohydrure de sodium. Combiné à l'eau, le borohydrure de sodium forme de l'hydrogène, en particulier s'il est mis en réaction avec des acides; il peut en résulter un mélange air/hydrogène explosif. La zone où sont effectués les mesurages doit être équipée d'un système de ventilation fixe.

5.5 Stabilisation

Les solutions étalons, d'étalonnage et de digestion des échantillons sont stabilisées avec de l'acide chlorhydrique (5.1). Il est recommandé d'établir la concentration d'acide chlorhydrique dans les solutions autour de $\omega = 1 \%$. D'autres agents stabilisateurs peuvent également être utilisés (voir Article 10).

5.6 Solution mère de mercure, concentration massique de mercure $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$.

La solution mère est disponible dans le commerce. Il est recommandé d'utiliser des solutions mères certifiées.

5.7 Solutions étalons de mercure

Diluer la solution mère aux concentrations requises pour l'étalonnage et ajouter la quantité nécessaire de réactif stabilisateur (5.5); ce faisant, sélectionner des concentrations telles que la gamme de linéarité

de la fonction de référence ne soit pas dépassée. Il est recommandé d'utiliser au moins trois (3) solutions étalons de concentrations différentes.

La concentration en acide de la solution étalon doit correspondre à la concentration en acide de la solution de mesure. Les solutions étalons de mercure ont une durée de conservation relativement courte, même à concentrations élevées; elles doivent, par conséquent, être fraîchement préparées quotidiennement.

5.8 Solution de blanc d'étalonnage

La solution de blanc d'étalonnage doit contenir de l'eau, la même quantité, par litre, de réactif stabilisateur que les solutions étalons de mercure (5.7), ainsi que des quantités d'acide nitrique (5.2) et d'acide chlorhydrique (5.1) correspondant aux concentrations en acide de la solution de mesure.

6 Appareillage et équipement

Pour le dosage du mercure, tous les appareils et équipements entrant directement en contact avec l'échantillon et les solutions utilisées doivent être soumis à un prétraitement rigoureux afin de garantir le plus bas niveau de contamination possible. Il est recommandé d'effectuer les étapes de nettoyage suivantes: rincer à l'eau potable, traiter à l'aide d'une solution détergente, rincer de nouveau à l'eau potable et faire tremper dans l'acide nitrique dilué (5.3) toute la nuit ou pendant une période prolongée. Avant utilisation, rincer l'appareillage avec de l'eau ultrapure et sécher. Le traitement par vapeur d'acide nitrique (5.2) de récipients chimiquement inertes (par exemple, en quartz) constitue une méthode de nettoyage efficace, régulièrement utilisée pour l'analyse d'éléments traces. Pour éviter toute contamination ou adsorption, utiliser uniquement du matériel de laboratoire en verre borosilicate ou en quartz.

6.1 Récipients de digestion

Utiliser des récipients pour digestion sous pression et des inserts disponibles dans le commerce, dont la sécurité a été contrôlée, constitués de matériaux résistants aux acides et à faible contamination. Les récipients assemblés doivent pouvoir résister en toute sécurité à des températures atteignant au moins 200 °C et à des pressions atteignant au moins 40 bar. Les dimensions spécifiques des récipients ne sont pas imposées et dépendent du type de micro-ondes utilisé.

Il est recommandé d'utiliser des récipients de digestion spécialement dédiés à la digestion d'échantillons cosmétiques, qui peuvent contenir des niveaux élevés d'éléments à doser. Afin d'éviter les effets de mémoire, procéder à une digestion à blanc pour nettoyer les récipients après la digestion d'échantillons fortement chargés, avant de digérer d'autres échantillons.

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 et de contrôle simultané de la puissance des micro-ondes. Par exemple, des sondes de température placées à l'intérieur du récipient sous pression permettent un mesurage fiable de la température. Utiliser uniquement des instruments pour digestion assistée par micro-ondes équipés de sondes de température et étalonner ces dernières avant utilisation.

6.3 Filtre à membrane, taille de pores: 0,45 µm.

Le filtre à membrane utilisé doit être inerte par rapport à la concentration en acide de la solution de mesure et ne doit ni contaminer la solution de mesure, ni adsorber les analytes. Les membranes disponibles dans le commerce sont constituées de divers types de matériaux (par exemple, PTFE, PP) et leur adéquation à l'usage prévu doit être vérifiée au moyen de mesures appropriées (par exemple, blancs, échantillons de contrôle qualité).

6.4 Spectromètre d'absorption atomique, éventuellement doté d'une fonction de correction du bruit de fond, et équipé d'accessoires pour les techniques de vapeur froide ou d'amalgame.

Les procédés d'injection manuelle peuvent être remplacés par des systèmes automatiques d'injection.

6.5 Lampe spécifique pour l'élément mercure

Mesurage à 253,7 nm.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels dangereux. Le présent document ne traite pas de tous les risques pour la sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur du présent document d'établir, avant de l'utiliser, des mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel.

À chaque étape du processus, des mesures doivent garantir l'absence de pertes d'analyte et le maintien de la contamination à des niveaux aussi bas que possible.

7.2 Préparation des échantillons

La digestion de l'échantillon doit être précédée d'une préparation appropriée (par exemple, homogénéisation, mélange, broyage^[13]). Après homogénéisation, nettoyer soigneusement les appareillages afin d'exclure tout risque de contamination de l'échantillon suivant. L'étape de préparation des échantillons doit garantir l'obtention d'un matériau de départ homogène pour une quantité de prise d'essai.

7.3 Digestion sous pression

7.3.1 Généralités

AVERTISSEMENT 1 En fonction du type de réactivité de l'échantillon, il peut s'avérer nécessaire de peser des quantités moindres que celles spécifiées en 7.3.2 afin d'éviter des réactions extrêmes ou des explosions. Le risque d'explosion induit par la digestion d'échantillons à teneur élevée en carbone (par exemple, hydrates de carbone, lipides, huiles, cires) doit être pris en compte. La combinaison d'alcools ou de solvants avec de l'acide nitrique concentré peut provoquer des réactions à retardement violentes, même à température ambiante. Par conséquent, il est vivement recommandé d'évaporer doucement tous les composés volatils avant d'ajouter l'acide (7.3.3).

AVERTISSEMENT 2 Les échantillons qui ne sont pas recouverts d'acide peuvent être à l'origine d'une surchauffe localisée du récipient de digestion, laquelle peut entraîner une fusion localisée suivie d'un éclatement du récipient de digestion. Avant de procéder à la digestion, s'assurer que l'échantillon tout entier est complètement immergé dans le mélange acide.

La température et la pression à l'intérieur des récipients doivent être contrôlées pour garantir le bon déroulement de la digestion. Pour éviter des différences de température et de pression entre les récipients, il convient que la série d'échantillons soumise à la digestion assistée par micro-ondes ne contienne que des échantillons de composition similaire.

7.3.2 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas général

Peser précisément environ 200 mg d'échantillon dans un récipient de digestion.

Ajouter 1 ml d'eau et mélanger soigneusement à l'aide d'un agitateur jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement en suspension dans l'eau.

Ajouter 5 ml d'acide nitrique (5.2) au mélange et mélanger de nouveau. Il convient que l'échantillon soit totalement immergé dans la solution. Laisser le mélange reposer dans un récipient de digestion clos pour s'assurer que la réaction préliminaire ait lieu. En fonction de la réactivité de l'échantillon, la réaction préliminaire peut nécessiter un temps de repos allant de 30 min à une nuit entière.

Ajouter ensuite 1 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et mélanger brièvement. Le récipient sous pression doit être fermé de manière hermétique immédiatement après l'ajout de l'acide chlorhydrique afin d'empêcher l'évaporation du chlore à l'état gazeux formé, ce qui le rendrait indisponible pour la réaction.

7.3.3 Préparation de l'échantillon par digestion — Cas particuliers

- Pour les produits cosmétiques aqueux à forte teneur en eau, par exemple, une lotion, un lait, une eau nettoyante ou une eau micellaire, il est possible d'utiliser une prise d'essai pesant jusqu'à 400 mg, auquel cas il n'est pas nécessaire d'ajouter de l'eau avant d'ajouter les acides (7.3.2).
- Pour tous les autres cas particuliers, la prise d'essai peut être adaptée, mais le rapport entre la prise d'essai et les volumes d'acide (7.3.2) doit demeurer le même.

Dans le cas de produits à forte teneur en composés volatils, il est vivement recommandé, pour des raisons de sécurité, d'éliminer complètement ces composés en chauffant minutieusement l'échantillon (par exemple, dans un bain-marie à 60 °C), après l'avoir pesé dans le récipient de digestion, mais avant l'ajout d'acide. Il convient de déterminer les pertes en composés volatils à la fin du processus. Au cours de cette opération, des précautions particulières doivent être prises pour empêcher des pertes d'analytes.

Une masse de la prise d'essai inférieure à 100 mg n'est pas recommandée par crainte d'une hétérogénéité des échantillons.

7.3.4 Mode opératoire de digestion par micro-ondes

AVERTISSEMENT 1 À chaque étape du processus de digestion, les informations de sécurité fournies par le fabricant doivent être scrupuleusement observées. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-23821:2022>

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d94c352a-9b47-442a-ac6e-2f4cfa501130/iso-23821:2022)

7.3.4.1 Soumettre les échantillons à un programme de chauffage en trois étapes:

- a) chauffer en passant de la température ambiante à 200 °C, en 30 min par exemple;
- b) maintenir la température à 200 °C pendant 30 min;
- c) refroidir à 50 °C avant de retirer les récipients du système de chauffage par micro-ondes.

Il est obligatoire de maintenir une température de 200 °C pendant 30 min pour obtenir des résultats comparables, car il n'est pas possible de réaliser une digestion complète pour tous les types d'échantillons.

AVERTISSEMENT 2 En fonction de la réactivité de l'échantillon, il peut s'avérer nécessaire de sélectionner une vitesse de chauffage plus faible que celle spécifiée afin d'éviter des réactions extrêmes ou des explosions.

7.3.4.2 Pour les échantillons réactifs, l'utilisation d'un programme de chauffage en sept étapes, avec une augmentation moins rapide du chauffage, s'est révélée efficace:

- a) chauffer en passant de la température ambiante à 160 °C en 25 min;
- b) maintenir la température à 160 °C pendant 15 min;
- c) chauffer en passant de 160 °C à 180 °C en 10 min;
- d) maintenir la température à 180 °C pendant 10 min;
- e) chauffer en passant de 180 °C à 200 °C en 35 min;
- f) maintenir la température à 200 °C pendant 30 min;