NORME INTERNATIONALE

ISO 15819

Deuxième édition
2014-10-15

Cosmétiques — Méthodes analytiques — Nitrosamines: Recherche et dosage de la N-nitrosodiéthanolamine (NDELA) dans les produits cosmétiques par CLHP-SM-SM

Cosmetics — Analytical methods — Nitrosamines: Detection and determination of N-nitrosodiethanolamine (NDELA) in cosmetics by HPLC-MS-MS

Numéro de référence
ISO 15819:2014(F)

© ISO 2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Contents

Page

Avant-propos ..... **v**
Introduction ..... **vi**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Principe **1**
4 Réactifs **2**
5 Appareillage **2**
6 Préparation et conservation d'échantillons **3**
6.1 Généralités 3
6.2 Préparation des solutions étalons 4
6.3 Préparation de l'échantillon 5
7 Mode opératoire **6**
7.1 Généralités 6
7.2 Conditions chromatographiques 6
7.3 Conditions CLHP-SM-SM 7
8 Calcul des résultats **7**
8.1 Détermination de la valeur ***R*** 7
8.2 Courbe d'étalonnage 7
8.3 Mode opératoire de vérification de la validité et ses critères 8
8.4 Calcul des concentrations 8
9 Rapport d'essai **8**
Annexe A (informative) **Exemples d'une courbe d'étalonnage et de chromatogrammes** **10**
Bibliographie **12**

© ISO 2014 – Tous droits réservés

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 appelée 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15819:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Introduction

L'exposition humaine aux N-nitrosamines peut se produire au contact de sources diverses présentes dans l'environnement, la nourriture ou les produits de soin personnels. Ces substances ayant montré un effet cancérigène notoire sur plusieurs espèces animales, il est reconnu qu'une restriction d'exposition aux N-nitrosamines est d'une importance primordiale pour la préservation de la santé humaine. Parmi les N-nitrosamines, il a été établi que la N-nitrosodiéthanolamine (NDELA) est un contaminant potentiel des cosmétiques.

Dans ce contexte, plusieurs méthodes analytiques ont été développées pour rechercher et doser sa présence dans les cosmétiques, comme la chromatographie en phase gazeuse avec analyse d'énergie thermique, la chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP) couplée soit à une photolyse avec quantification colorimétrique soit à une détermination par spectrométrie de masse (SM). Cette dernière méthode nécessite l'usage de techniques avancées pour garantir une spécificité maximale dans la recherche de la NDELA, afin de limiter le risque de formation artefactuelle de l'analyte considéré et de permettre une quantification précise de la substance.

La présente méthode analytique emploie la chromatographie en phase liquide à haute performance couplée à la spectrométrie de masse afin de séparer et de rechercher la NDELA à l'état de trace dans un ingrédient ou dans une matrice de produit cosmétique, avec une spécificité maximale pour la NDELA.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Cosmétiques — Méthodes analytiques — Nitrosamines: Recherche et dosage de la N-nitrosodiéthanolamine (NDELA) dans les produits cosmétiques par CLHP-SM-SM

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de recherche et de quantification de la N-nitrosodiéthanolamine (NDELA) dans les cosmétiques et les matières premières utilisées dans les cosmétiques.

La présente méthode n'est applicable ni à la recherche et/ou à la quantification de nitrosamines autres que la NDELA, ni à la recherche et/ou à la quantification de la NDELA dans les produits autres que les cosmétiques ou les matières premières utilisées dans les cosmétiques.

Si un produit peut être contaminé par la NDELA à partir de ses ingrédients ou que la composition d'ingrédients cosmétiques peut entraîner la formation de NDELA, alors la méthode sera appliquée pour la détermination de la quantité de NDELA. Par conséquent, cette méthode ne s'applique pas aux essais de routine relatifs aux produits cosmétiques. En raison du large éventail de cosmétiques considéré dans ce domaine d'application, la présente méthode pourrait nécessiter d'être adaptée à certaines matrices (se référer à l'ISO 12787).

Par voie de conséquence, les Normes internationales consacrées à d'autres méthodes d'essai des nitrosamines dans les cosmétiques sont élaborées séparément. D'autres méthodes peuvent être employées à condition que la recherche de NDELA ait été vérifiée et que ces méthodes soient validées en termes de récupération et de quantification de l'analyte.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 12787:2011, *Cosmétiques — Méthodes analytiques — Critères de validation pour les résultats analytiques utilisant des techniques chromatographiques*

3 Principe

L'extraction de la NDELA des échantillons cosmétiques est réalisée avec de l'eau en présence de d8-NDELA deutérée utilisée en tant qu'étalon interne (IS). Une purification est effectuée soit par extraction en phase solide (purification SPE, voir 6.3.1) à l'aide d'une cartouche C18, soit par extraction liquide-liquide à l'aide de dichlorométhane (purification DCM, voir 6.3.2) lorsque les échantillons ne peuvent pas se disperser dans l'eau. Les extraits sont analysés par CLHP-SM-SM (chromatographie en phase liquide à haute performance couplée à une détection spectrométrique de masse).

L'identification de NDELA est obtenue à l'aide de l'ion moléculaire et de deux ions qualifiants. La quantification de NDELA est réalisée par comparaison du ratio obtenu entre les ions fragments majoritaires de la NDELA et du d8-NDELA avec une courbe d'étalonnage.

© ISO 2014 – Tous droits réservés