

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur  
et de la recherche scientifique  
Université de Mouloud Mammeri  
FACULTE DE MEDECINE  
TIZI OUZOU

Département de Pharmacie

N° D'ordre :



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة مولود معمري  
كلية الطب  
تيزي وزو

†.⊙:∧∧.∪ξ†∫:∩:∧.†∫∫:∫∫:∩

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Présenté sous forme d'article et soutenu publiquement  
En vue de l'obtention du Diplôme de Docteur en Pharmacie

Le : 23/06/2025

Sous le Thème

*Détermination de la teneur en plomb dans le khôl et  
les crayons pour les yeux commercialisés sur le  
marché algérien*

Réalisé par :

BOUSSOUM Massinissa

DJEBALA Massilia

BOUDID Meriem

Encadrés par :

Dr YAMANI Arezki

Membres du jury :

Dr IBOUKHOULEF Sabrina

MAHU

Faculté de médecine UMMTO

Présidente

Dr BEN SI SAID Hassan

MAHU

Faculté de médecine UMMTO

Examinateur

ANNEE UNIVERSITAIRE : 2024/2025

## Résumé

Le khôl, un cosmétique ancré dans la tradition, connaissant une grande popularité à travers plusieurs régions du territoire algérien, peut être une source d'exposition à un toxique de la famille des métaux lourds, le plomb, capable de nuire à la santé des sujets exposés. Cette étude vise à évaluer les teneurs en plomb dans les khôls et les crayons pour les yeux, commercialisés sur le marché algérien, afin de vérifier leur conformité aux normes de sécurité.

Des échantillons de différentes consistances (poudre, pâte, pierre, crayons), couvrant un large panel de couleurs, de différentes origines géographiques et gammes de prix, ont fait l'objet d'un échantillonnage aléatoire dans les régions de Tizi Ouzou, Boumerdes, Bouira et Alger, pour une analyse par spectrométrie d'absorption atomique à flamme, après prétraitement selon le protocole de l'ISO 21392 :2021.

Sur un total de 75 échantillons testés, 54 (72%), présentaient des teneurs en plomb supérieures à la limite de sécurité fixée par la FDA, la Chine et le Canada. Les taux de non-conformité les plus élevés ont été attribués aux produits fabriqués localement avec 91,48%, contre 48,33% pour khôls et crayons importés, les poudres de khôl avec 93,33%, les khôls et crayons de couleur grise avec 90% de non-conformité, et ceux à bas prix qui affichent 87,5% de non-conformité, atteignant une concentration maximale de 8500,8 mg/kg.

Dans une démarche de protection et de promotion de la santé des consommateurs, la mise en place d'une réglementation claire et rigoureuse, ainsi que le renforcement des inspections et des contrôles, s'annoncent urgents, en plus de la sensibilisation des fabricants et des consommateurs aux risques liés à l'exposition au plomb.

**Mots clés :** plomb, khôl, crayons pour les yeux, protocole ISO 21392 :2021, spectrométrie d'absorption atomique à flamme SAAF, risques sanitaires.

## Abstract

Kohl, a cosmetic rooted in tradition, which is very popular in several regions of Algeria, can be a source of exposure to a toxic substance from the heavy metal family, lead, capable of harming the health of exposed subjects. This study aims to evaluate the lead levels in kohls and eye pencils marketed on the Algerian market, in order to verify their compliance with safety standards.

Samples of different consistencies (powder, paste, stone, pencils), covering a wide range of colors, from different geographical origins and price ranges, were randomly sampled in the regions of Tizi Ouzou, Boumerdes, Bouira and Algiers, for analysis by flame atomic absorption spectrometry, after pretreatment according to the ISO 21392:2021 protocol.

Out of a total of 75 samples tested, 54 (72%) had lead levels above the safety limit set by the FDA, China and Canada. The highest non-compliance rates were attributed to locally manufactured products with 91.48%, compared to 48.33% for imported kohls and pencils, kohl powders with 93.33%, grey kohls and pencils with 90% non-compliance, and low-cost products with 87.5% non-compliance, reaching a maximum concentration of 8500.8 mg/kg.

In an effort to protect and promote consumer health, the implementation of clear and rigorous regulations, as well as the strengthening of inspections and controls, are urgent, in addition to raising awareness among manufacturers and consumers of the risks associated with exposure to lead.

**Keywords:** lead, kohl, eye pencils, ISO 21392:2021 protocol, SAAF flame atomic absorption spectrometry, health risks.

## I. Introduction

Le plomb est un métal gris bleuâtre, malléable ; ce métal lourd est une composante naturelle de l'écorce terrestre (1). Il est sans nul doute l'un des métaux qui a été le plus anciennement et massivement utilisés par l'homme (2) dans diverses applications : fabrication de batteries, tuyaux d'évacuation d'eau (autrefois d'adduction), peintures, pigments, munitions et autres (1,3). La généralisation de son usage a entraîné une importante contamination environnementale, une exposition humaine et de graves problèmes de santé publique (1), ce qui a conduit à une réduction drastique de son utilisation (4). En effet de nombreuses limites réglementaires ont été mises en place dans différents pays dans une perspective de diminution voir d'interdiction du plomb dans différents secteurs, mais malgré cela certaines applications de ce cristallogène persistent et d'autres émergent, notamment dans le domaine des produits de consommation : jouets, bijoux, cosmétiques. Le plomb demeure alors un danger majeur et préoccupant pour la santé humaine (3,4).

Le khôl est un cosmétique traditionnel à usage oculaire, appelé aussi Surma, Kajal, Tazoult. Il est appliqué sur la surface conjonctive des paupières, aussi bien chez les femmes, les hommes que chez les enfants, son utilisation est une pratique populaire en Asie, Moyen-Orient et en Afrique (5). La popularité du khôl parmi ces populations n'est pas seulement cosmétique et culturel, mais aussi par croyance qu'il a des effets thérapeutiques sur les yeux ; il est également considéré comme un agent pharmacologique supposé accélérer la chute du moyeu-ombilical et appliqué par mesure d'hygiène après la circoncision en pensant que ce cosmétique a des propriétés coagulantes et antiseptiques, il fait également l'objet d'une consommation par voie orale motivée par des croyances traditionnelles, lui conférant des propriétés apaisantes de certaines affections organo- spécifiques (6). Mais des études suggèrent que la composition la plus courante du khôl est en pierre de galène à base de plomb et il a été démontré que son usage prolongé, peut être responsable d'intoxications saturnines, ce qui le classe dans la liste des produits inquiétants quant à leur rôle dans l'exposition au plomb (7).

Sur le plan toxicocinétique, le plomb est caractérisé par une absorption possible par diverses voies (voies respiratoire, digestive et par contact cutanéomuqueux) (2,4), et ce distingue par une capacité physiologique d'élimination réduite ce qui conduit à son accumulation dans l'organisme (système osseux avec un temps de demi-vie de 10 à 30 ans) (4). Au plan de son action toxique, le plomb est nocif pour tous mais il convient de mentionner que l'enfant est plus vulnérable de fait de son immaturité cérébrale. L'intoxication aiguë évolue avec une symptomatologie peu spécifique : troubles digestifs (douleurs abdominales, nausées, vomissements), cytolysé hépatique, une atteinte tubulaire rénale dose-dépendante et des troubles neurologiques (2). L'intoxication chronique : le saturnisme, résulte d'une exposition répétée au plomb, la symptomatologie la plus observée regroupe des effets neurologiques (délire, hallucination, céphalées, somnolence, confusion, déficit moteur), une néphropathie tubulo-interstitielle et glomérulaire d'installation tardive et définitive, une anémie généralement modérée normocytaire, normochrome et sidéroblastique chez l'adulte ; souvent hypochrome et microcytaire chez l'enfant, une hypertension artérielle, une toxicité testiculaire (oligospermie, tératospermie) (1). Chez la femme enceinte, le plomb peut traverser la barrière placentaire ce qui est associé à la mort fœtale intra-utérine, à l'accouchement prématuré et à l'insuffisance pondérale à la naissance (8). Sur la muqueuse oculaire, le plomb provoque des altérations de la rétine, des œdèmes cornéens sévères, une obstruction canaliculaire, en plus d'une pigmentation anormale de la conjonctive et du sac lacrymal (9).

Pour diminuer la présence du plomb dans les cosmétiques en générale et dans le khôl et les crayons à usage oculaire en particulier, et dans le but de protéger les consommateurs de ces produits, des effets toxiques du plomb ; de nombreuses lois ont été établies à travers le monde : l'Association des Nations de l'Asie du Sud-Est (ASEAN) a fixée en 2019 une limite de 20mg/kg (10). En Chine le Standard de Sécurité Technique pour les Cosmétiques (STSC) considère une limite à moins de 10mg/kg (11). La Food and Drugs Administration (FDA) des États-Unis impose une limite à ne pas dépasser de 10mg/kg dans les cosmétiques appliqués par voie externe (12). Le gouvernement canadien pour sa part s'aligne sur la limite établie par la FDA à moins de 10mg/kg (13). En Allemagne l'Office Fédéral de la Protection des Consommateurs et de la Sécurité Alimentaire (BVL) impose des limites plus strictes avec une limite fixée a moins de 2mg/kg (14). On trouve aussi une réglementation algérienne portant plus spécifiquement sur le khôl qui n'autorise aucune présence du plomb dans ce cosmétique, mais elle reste ambiguë et manque de précision (15).

Au mépris du cadre réglementaire en place, de nombreuses recherches scientifiques menés dans différents pays ont révélés des teneurs élevées en plomb dans le khôl et les crayons pour les yeux, étant donné la large diffusion et l'adoption généralisée du khôl et des crayons oculaires en Algérie et connaissant la toxicité du plomb et ces effets néfastes sur la santé humaine, cette étude a pour objectif de déterminer la teneur en plomb dans les khôls et les crayons pour les yeux, commercialisés sur le marché algérien, et met en lumière les risques liés à la présence du plomb dans ce type de cosmétiques en soulignant la nécessité d'alerter aussi bien les consommateurs, les fabricants, que les autorités réglementaires et sanitaires. Cette étude s'appuie sur l'utilisation de la technique de spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAAF), après un protocole de prétraitement conformément à la procédure de l'Organisation Internationale de Normalisation intitulé : Cosmétiques - Méthodes d'analyse – Mesurage des éléments traces métalliques dans les produits cosmétiques finis (ISO 21392 :2021, en tenant compte des paramètres suivants : la consistance, la couleur, l'origine géographique et la gamme de prix.

## **II Matériel et méthodes**

### **1. Matériel utilisé**

Pour réaliser cette étude, nous avons eu recours à un ensemble spécifique d'équipements et de réactifs. Le plomb dans les échantillons du khôl et des crayons pour les yeux, a été dosé à travers l'usage d'un spectromètre d'absorption atomique à flamme de la marque (SHIMADZU AA-6200), dont la flamme est alimentée par deux gaz (air + acétylène) provenant respectivement d'un compresseur (JUN-AIR Deutschland GmbH) et d'une bouteille de gaz d'acétylène, le faisceau lumineux qui traverse cette flamme est émis par une lampe à cathode creuse spécifique au plomb. Cet automate (SAA flamme) est raccordé à un logiciel (WizAArd) pour la collecte et le traitement des données, installé sur un ordinateur spécialement réservé de la marque (HPL1908w). En plus, le logiciel Microsoft Office Professionel Excel 2019 a servi pour le calcul des résultats et la génération de graphiques.

Nous avons aussi fait usage d'une balance analytique (Kern & Sohn), d'une plaque chauffante (Heidolph MR3001k), d'un vortex et d'un éventail de verrerie de laboratoire. Des micropipettes de la marque Accumax PRO 0.5ml-10ml et 100-1000µl, des filtres en papier plissés standards de la marque Jean Pierre D 0,45 µm et des lames de bistouris à usage chirurgicale jetables.

Les réactifs utilisés étaient de qualité analytique et comportent : une solution standard de plomb titrée à 1000µg/ml de chez BIOCHEM Chemopharma, de l'eau ultrapure provenant d'un système de purification (Human Power 1 Scholar), de l'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) de la marque (Sigma Aldrich Germany pur à 69%) et de l'acide chlorhydrique (HCl) (BIOCHEM Chemopharma 35-38%).

## **2. Type, lieu et durée de l'étude**

Cette étude s'inscrit dans une approche expérimentale, transversale et descriptive ; elle a été conduite au sein du laboratoire de toxicologie de la faculté de médecine de Tizi Ouzou, entre novembre 2024 et mai 2025.

## **3. Calcul de la taille d'échantillon**

Pour estimer la taille minimale de notre échantillonnage, nous avons fait usage de la formule suivante pour le calculer :

$$N = Z^2 p (1-p) / m^2 \text{ avec :}$$

N : taille de l'échantillon estimé

Z : le niveau de confiance (Z= 95%)

p : la prévalence attendue (p= 81.25% fondée sur une étude algérienne récente(6)

m : la marge d'erreur (m= 5%=0.05)

La taille minimale estimée de notre échantillon (N) est de 55 échantillons.

## **4. Echantillonnage**

Nous avons recueilli un ensemble de 75 échantillons, tirés de différentes provenances, à savoir la famille et le voisinage, nos homologues de la faculté de médecine de Tizi Ouzou et une multitude de magasins siégeant dans les willayas de Tizi Ouzou, Boumerdes, Bouira et Alger. Au cours de cette collecte nous avons mis en place des critères stricts pour garantir un échantillonnage représentatif, en tenant compte de : la consistance, la couleur, l'origine géographique et la gamme de prix.

Nous avons pris en considération, une variété concernant la consistance : poudre, pâte, pierre, crayons à usage oculaire ; dans le but d'intégrer un large panel des produits utilisés par

les consommateurs. Notre échantillonnage englobe un éventail de couleurs fréquemment employés.

Afin d'assurer une variété géographique représentative du marché algérien nous avons également pris en considération la provenance géographique de nos échantillons, de plus nous avons veillé à ce que nos échantillons respectent trois différentes gammes de prix (bas, moyen, élevé) pour repérer les différences de conformité liée à la teneur en plomb en fonction du prix. (Voir tableau 01).

**Tableau 01 : Liste descriptive des échantillons**

Caractéristiques des échantillons		Effectif (n)	%
Consistance	Poudre	45	60%
	Pate	9	12%
	Pierre	8	10,66%
	Crayon	13	17,33%
Couleur	Noir	36	48%
	Gris	10	13,33%
	Bleu	15	20%
	Vert	8	10.66 %
	Marron	3	4%
	Orange	1	1.33%
	Rose	1	1.33%
	Blanc	1	1,33%
Origine	Local	47	62.66%
	Chine	15	20%
	Pakistan	4	5,33%
	Inde	3	4%
	Arabie-saoudite	2	2.66%
	Europe	4	5.33%
Prix	Bas	40	53.33%
	Moyen	24	32%
	Elevé	11	14.66%

## **5. Prétraitement**

Pour procéder au dosage du plomb dans les échantillons recueillis, nous avons d'abord réalisé une étape de prétraitement, qui consiste en une digestion acide et à chaud, en suivant le protocole établi par l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO21392 :2021), dans le but d'obtenir un minéralisât dépourvu de matière organique susceptible d'un dosage par spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAA flamme).

Nous avons rigoureusement pesé 300mg de chaque échantillon, puis les avons placés dans des tubes à vis en verre borosilicaté de 20ml, préalablement décontaminés et numérotés. Ensuite nous avons ajouté 5ml d'acide nitrique dans chaque tube en prenant soin de bien homogénéiser la solution en se servant d'un vortex, les tubes ont été laissés au repos pendant 5 minutes, ensuite 2ml d'acide chlorhydrique ont été ajoutés en refermant immédiatement les tubes.

Les tubes ont ensuite été placés sur une plaque chauffante pour subir un chauffage : une élévation de la température jusqu'à 200°C, pendant environ 30minutes, puis cette température est ainsi maintenue à 200°C durant 100 à 120 min, avant de la baisser à 50°C pour laisser refroidir les tubes afin de les retirer de la plaque chauffante.

Au final nous avons réalisé une filtration en se servant de filtres en papier plissés standards 0,45µm, pour récupérer le rendu de la minéralisation sur des tubes secs préalablement numérotés que nous avons veillé à bien fermer en vue de les analyser par spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAA flamme).

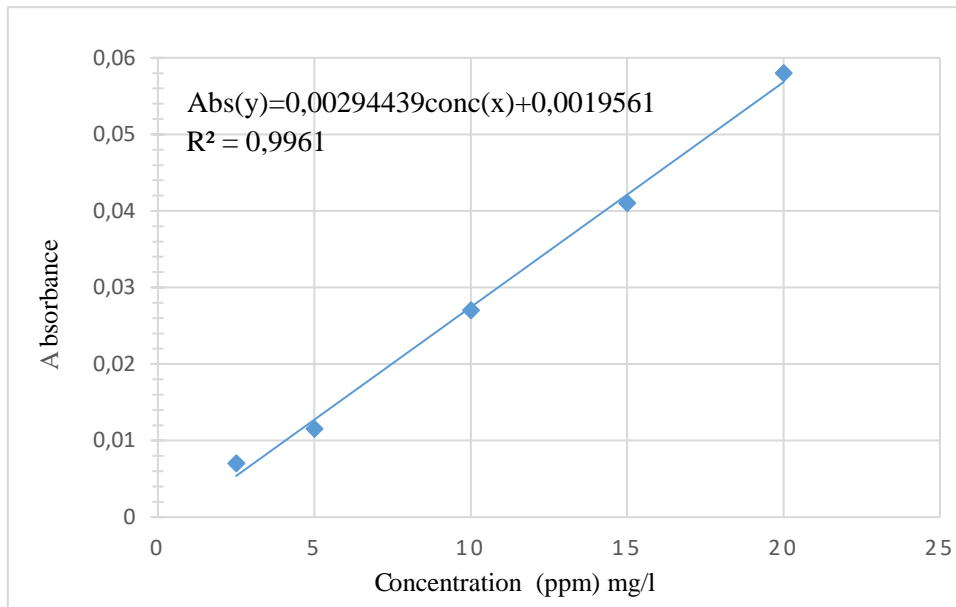
Il convient de mentionner que le khôl sous forme de pierre a été d'abord finement broyé à l'aide d'un mortier en céramique protégé d'un film en plastique pour éviter les contaminations. La matière colorante a été extraite des crayons en utilisant des lames de bistouris en acier inoxydable, tandis que les khôls sous forme de poudre et ceux en pâte ont été manipulés avec des spatules en plastique, jetables et ont été directement pesés.

## **6. Protocole de validation**

La méthode analytique utilisée pour le dosage a été validée conformément aux recommandations de la Société Française des Sciences et Techniques Pharmaceutiques (SFSTP 2003-2006), reposant sur l'approche par le profil d'exactitude, ce protocole permet d'évaluer simultanément la justesse, la fidélité et la linéarité de notre méthode. (16,17)

## 7. Gamme d'étalonnage

Afin de déterminer la teneur en plomb dans nos solutions échantillons, la mise en place d'une gamme d'étalons s'avère primordiale. Nous avons soigneusement défini cinq niveaux de concentrations en nous basant sur les différentes limites règlementaires existantes : 2.5ppm ; 5ppm ; 10ppm ; 15ppm ; 20ppm. (Voir **Figure 01**)



**Figure 01** : Courbe d'étalonnage du plomb par spectrophotométrie d'absorption atomique à flamme (SAAF).

Nous avons également préparé deux contrôles de qualité à des concentrations précises de 7ppm et 17ppm, avec une concentration maximale de la plage linéaire à 100ppm.

Les solutions standards et les contrôles de qualités résultent de la dilution d'une solution intermédiaire de plomb à 50ppm, qui a été élaborée à partir d'une solution mère à 1000ppm. Les différentes gammes de standards et les contrôles de qualité ont fait l'objet d'une analyse par spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA flamme).

## 8. Analyse des échantillons

L'analyse des échantillons a été effectuée à l'aide de spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA flamme), qui est une technique analytique pour l'analyse des éléments métalliques.

Cette technique repose sur l'absorption d'un faisceau lumineux par des atomes à l'état fondamental en leur fournissant une longueur d'onde spécifique de l'élément à doser (le plomb dans notre étude), via une lampe à cathode creuse spécifique au plomb, après aspiration et nébulisation. La flamme est d'une importance capitale car elle est responsable de l'atomisation (dissociation des composés en atomes libres) pour un dosage précis et fiable, elle est

généralement alimentée par un mélange de deux gaz : air + acétylène. La différence entre le faisceau émis par la lampe et celui transmis par l'échantillon est capté par un détecteur puis collectée et traité par un logiciel raccordé au spectromètre d'absorption atomique à flamme (18).

### 9. Conversion de la concentration en plomb

Afin de pouvoir interpréter les concentrations du plomb dans nos échantillons, initialement exprimés en mg/l, il convient de les convertir en mg/kg, en faisant usage de l'équation suivante (19).

$$Pb \text{ (mg/kg)} = (C.V.F) / PE \text{ Avec :}$$

C : concentration de plomb mesurée par SAAF (mg/l)

V : volume de dilution de l'échantillon en litre

F : facteur de dilution (F=1 dans notre étude)

PE : prise d'essai de l'échantillon exprimée en kg (PE=300mg)

## III. Résultats

### 1. Résultats du dosage

Dans le cadre de cette étude, 75 échantillons ont été analysés. 54 d'entre eux présentaient des teneurs supérieures par rapport à la limite de sécurité de 10 mg/kg, établies par plusieurs organismes sanitaires internationaux concernant le plomb. Ces échantillons non conformes représentent 72% de l'ensemble analysé, avec une concentration moyenne de 922,38 mg/kg, et la concentration la plus élevée enregistrée parmi ces échantillons analysés s'élève à 8500,80 mg/kg.

La description générale des 75 échantillons analysés dans le cadre de notre étude est présentée dans le **tableau 02** :

**Tableau 02** : Résultats détaillés des 75 échantillons analysés

N° Ech	Consistance	Couleur	Origine	Prix	Marque	Volume du minéralisât	Concentration mg/l	Teneur mg/kg	Conformité (oui/non)
01	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	3,80	52,22	661,45	Non
02	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	5,30	56,56	999,23	Non
03	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,80	51,20	819,20	Non
04	Poudre	Gris	Local	Moyen	SM	4,90	63,25	1033,08	Non
05	Poudre	Noir	Local	Moyen	SM	5,10	65,77	1118,09	Non
06	Poudre	Noir	Local	Moyen	SM	5,30	68,96	1218,29	Non

07	Pâte	Noir	Chine	Elevé	Kajal aswad	5,00	0,59	9,83	Oui
08	Poudre	Noir	Arabie Saoudite	Élevé	Kohl Ithmid	5,30	82,34	1454,67	Non
09	Pierre	Gris	Local	Bas	SM	4,70	74,43	1166,07	Non
10	Poudre	Noir	Local	Bas	Kohl Al-Ithmid	4,70	70,42	1103,25	Non
11	Poudre	Vert	Local	Moyen	SM	5,50	74,02	1357,03	Non
12	Poudre	Bleu	Local	Moyen	SM	5,20	50,99	883,83	Non
13	Poudre	Noir	Pakistan	Moyen	Hashmi Kohl aswad	4,30	77,35	1108,68	Non
14	Poudre	Noir	Pakistan	Moyen	Hashmi Kohl aswad	4,20	55,03	770,42	Non
15	Poudre	Gris	Local	Moyen	SM	4,90	68,99	1126,84	Non
16	Pâte	Noir	Europe	Moyen	SM	4,65	0,63	9,77	Oui
17	Poudre	Gris	Arabie Saoudite	Élevé	Kohl Asfahani	4,90	15,23	248,76	Non
18	Pâte	Noir	Pakistan	Moyen	Hashmi	4,90	0,48	7,84	Oui
19	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,68	54,59	851,60	Non
20	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	4,50	69,88	1048,20	Non
21	Poudre	Vert	Local	Moyen	SM	5,10	60,23	1023,91	Non
22	Poudre	Noir	Local	Moyen	SM	5,10	63,42	1078,14	Non
23	Poudre	Bleu	Local	Moyen	SM	4,60	68,59	1051,71	Non
24	Pâte	Noir	Pakistan	Moyen	Hashmi	5,10	0,42	7,14	Oui
25	Poudre	Bleu	Local	Moyen	SM	4,50	47,43	711,45	Non
26	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,50	48,34	725,10	Non
27	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,50	49,23	738,45	Non
28	Poudre	Gris	Local	Bas	SM	4,40	48,51	711,48	Non
29	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,30	44,00	630,68	Non
30	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,20	60,94	853,16	Non
31	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,80	45,53	728,48	Non
32	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	5,30	46,88	828,21	Non
33	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	5,30	56,63	1000,46	Non
34	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	3,80	64,48	816,75	Non
35	Crayon	Noir	Europe	Moyen	Flomar	5,50	0,26	4,77	Oui
36	Crayon	Bleu	Chine	Moyen	Davis Eye	5,40	1,32	23,76	Non
37	Crayon	Gris	Chine	Moyen	Mascara Cosmetics	5,50	0,52	9,53	Oui
38	Crayon	Orange	Chine	Bas	ADS Cosmetics	5,00	1,75	29,17	Non
39	Crayon	Rose	Chine	Bas	ADS Cosmetics	4,20	1,41	19,74	Non
40	Crayon	Noir	Europe	Élevé	Flomar	3,90	0,71	9,23	Oui
41	Crayon	Marron	Chine	Moyen	Note	4,90	1,88	30,71	Non
42	Crayon	Blanc	Chine	Moyen	Note	4,80	0,11	1,76	Oui
43	Crayon	Noir	Chine	Élevé	Violet Makeup	4,90	0,58	9,47	Oui

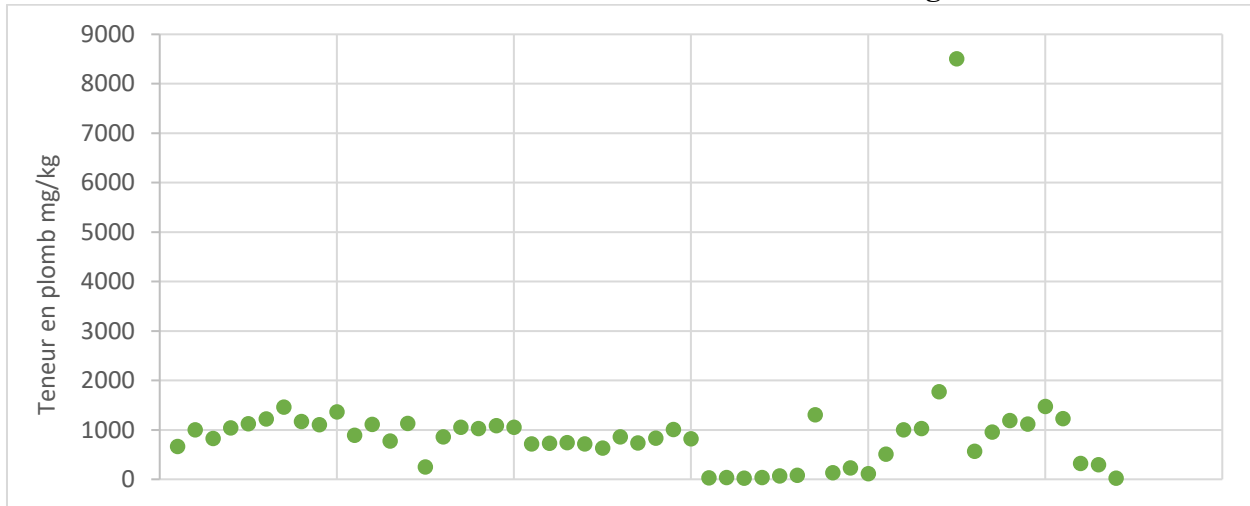
44	Crayon	Noir	Chine	Moyen	Face Sharm	3,70	0,52	6,41	Oui
45	Crayon	Noir	Chine	Élevé	Ruby Rose	3,50	0,11	1,28	Oui
46	Crayon	Noir	Europe	Élevé	Farfasha	5,00	3,78	63,00	Non
47	Crayon	Noir	Chine	Élevé	Sheglam	3,80	0,55	6,97	Oui
48	Pierre	Bleu	Inde	Bas	SM	4,70	4,77	74,73	Non
49	Pierre	Gris	Local	Bas	SM	4,90	79,83	1303,89	Non
50	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	5,10	7,72	131,24	Non
51	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	5,40	12,65	227,70	Non
52	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	5,00	6,70	111,67	Non
53	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,80	31,74	507,84	Non
54	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	5,20	57,38	994,59	Non
55	Poudre	Noir	Local	Bas	SM	4,00	76,67	1022,27	Non
56	Poudre	Noir	Inde	Bas	Surma Al-Sharifain	5,30	0,47	8,30	Oui
57	Pierre	Bleu	Local	Bas	SM	5,00	0,34	5,67	Oui
58	Pierre	Bleu	Local	Bas	SM	5,00	0,40	6,67	Oui
59	Pierre	Gris	Local	Bas	SM	5,30	99,93	1765,43	Non
60	Pierre	Gris	Local	Bas	SM	4,80	531,30	8500,80	Non
61	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	4,60	36,83	564,73	Non
62	Poudre	Bleu	Local	Moyen	SM	3,60	79,28	951,36	Non
63	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	4,80	74,02	1184,32	Non
64	Poudre	Noir	Inde	Bas	Surma Al-Sharifain	3,90	0,72	9,36	Oui
65	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	4,00	83,60	1114,67	Non
66	Poudre	Bleu	Local	Bas	SM	5,65	77,99	1468,81	Non
67	Pierre	Gris	Local	Bas	SM	4,50	81,63	1224,45	Non
68	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	5,20	0,35	6,07	Oui
69	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	5,00	19,10	318,33	Non
70	Poudre	Vert	Local	Bas	SM	4,90	17,91	292,53	Non
71	Pâte	Noir	Chine	Élevé	Sheglam	4,00	0,45	6,00	Oui
72	Pâte	Marron	Chine	Élevé	Sheglam	3,20	0,89	9,49	Oui
73	Pâte	Noir	Chine	Élevé	YC Inc	4,20	1,16	16,24	Non
74	Pâte	Noir	Local	Moyen	SM	4,50	0,43	6,45	Oui
75	Pâte	Marron	Chine	Moyen	Ruby Rose	4,70	0,61	9,56	Oui

Note :

**SM** : Sans Marque (fabrication artisanale)

**N° Ech** : Numéro échantillon

Les résultats des 54 échantillons non conformes sont illustrés dans la **Figure 01** :



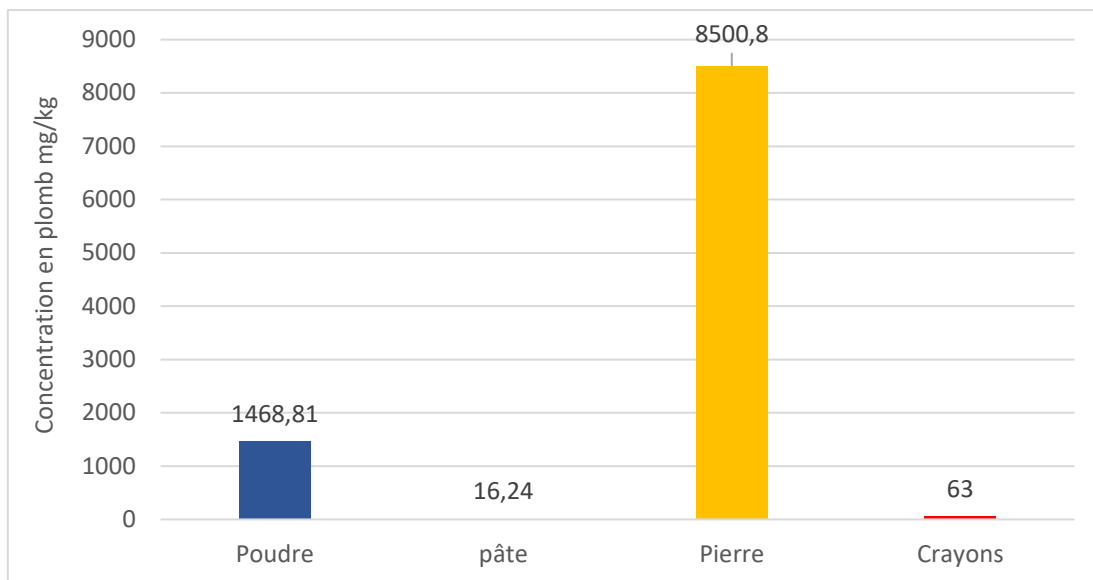
**Figure 02** : Nuage de points montrant les concentrations des 54 échantillons non conformes.

Dans la section suivante, nous présentons les résultats de notre analyse sur les 54 échantillons du khôl qui ont dépassé la limite de sécurité de 10 mg/kg, en fonction de différentes variables :

## 2. Selon la consistance (voir le **Tableau 03**)

**Tableau 03** : Résultats des échantillons non conformes selon la consistance

La consistance	Nombre d'échantillons total (N)	Nombre d'échantillons non conformes (n)	Pourcentage des échantillons non conformes (n/N) %	Concentration maximale [Pb]		Test de Khi deux (P valeur)
				En mg/l	En mg/kg	
<b>Poudre</b>	45	42	93,33%	77,99	1468,81	
<b>Pâte</b>	9	1	11,11%	1,16	16,24	P=0,000000198<0,05
<b>Pierre</b>	8	6	75%	531,3	8500,8	(Différence significative)
<b>Crayons</b>	13	5	38,46%	3.78	63	

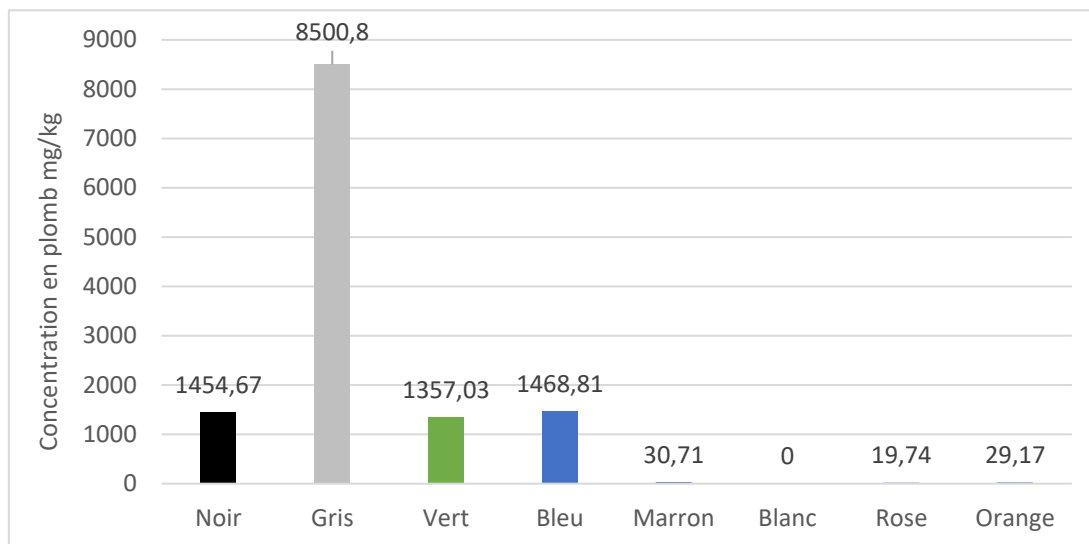


**Figure 03 :** Histogramme des teneurs maximales enregistrées dans les échantillons non conformes, selon la consistance.

### 3. Selon la couleur (voir le Tableau 04)

**Tableau 04 :** Résultats des échantillons non conformes selon la couleur

La couleur	Nombre d'échantillons total (N)	Nombre d'échantillons non conformes (n)	Pourcentage des échantillons non conformes (n/N) %	Concentration maximale [Pb]		Test de Khi deux (P valeur)
				En mg/l	En mg/kg	
Noir	36	22	61,11%	82,34	1454,67	P=0,10244>0.05 (Aucune différence significative)
Gris	10	9	90%	531,3	8500,8	
Vert	8	7	87,5%	74,02	1357,03	
Bleu	15	13	86,66%	77,99	1468,81	
Autres couleurs	6	3	50%	1,88	30,71	



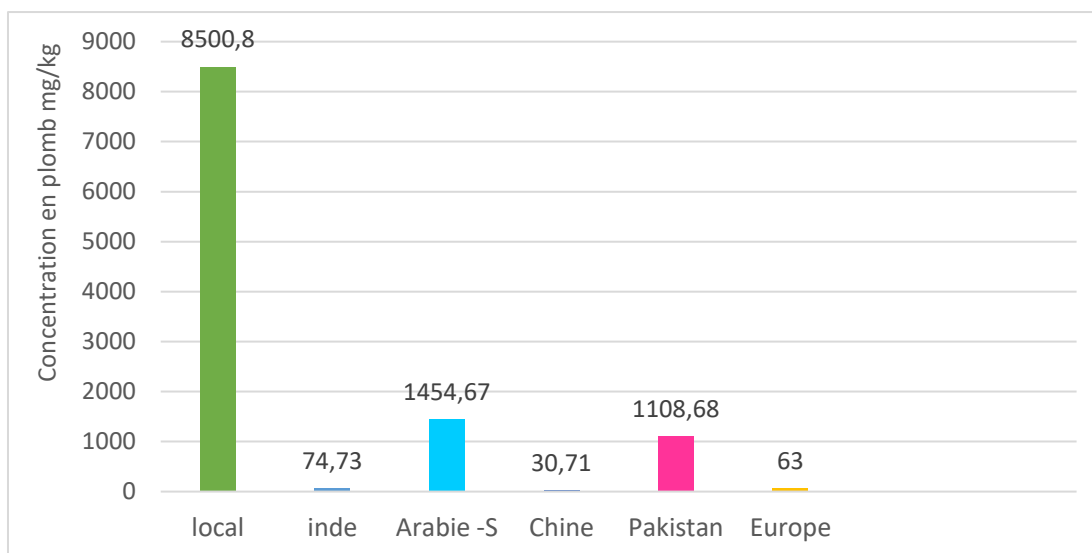
**Figure 04 :** Histogramme des teneurs maximales enregistrées dans les échantillons non conformes, selon la couleur.

La catégorie « Autres couleurs » comporte 6 échantillons (3 de couleur marron, un de couleur rose, un orange et un autre de couleur blanche), elle affiche le pourcentage de non-conformité le plus faible (50%), avec une concentration maximale de 30,71 mg/kg au sein de la catégorie attribuée à un échantillon de couleur marron. L'échantillon de couleur orange affiche une concentration de 29,17 mg/kg, le rose (19,74 mg/kg), tandis que l'échantillon blanc et les deux autres de couleur marron affichent des concentrations inférieures à la limite de la FDA.

#### 4. Selon l'origine (voir le Tableau 05)

**Tableau 05 :** Résultats des échantillons non conformes selon l'origine géographique.

Origine	Nombre d'échantillons total (N)	Nombre des échantillons non conformes (n)	Pourcentage des échantillons non conformes (n/N)%	Concentration maximale [Pb]		Test de Khi deux (P valeur)
				En mg/l	En mg/kg	
Local	47	43	91,48%	531,3	8500,8	P=0,00003144<0,05  (Différence significative)
Chine	15	5	33,33%	1,88	30,71	
Arabie Saoudite	2	2	100%	82,34	1454,67	
Inde	3	1	33,33%	4,77	74,73	
Pakistan	4	2	50%	77,35	1108,68	
Europe	4	1	25%	3,78	63	



**Figure 05 :** Histogramme des teneurs maximales enregistrées dans les échantillons non conformes, selon la couleur

### 5. Selon la gamme de prix (voir le Tableau 06)

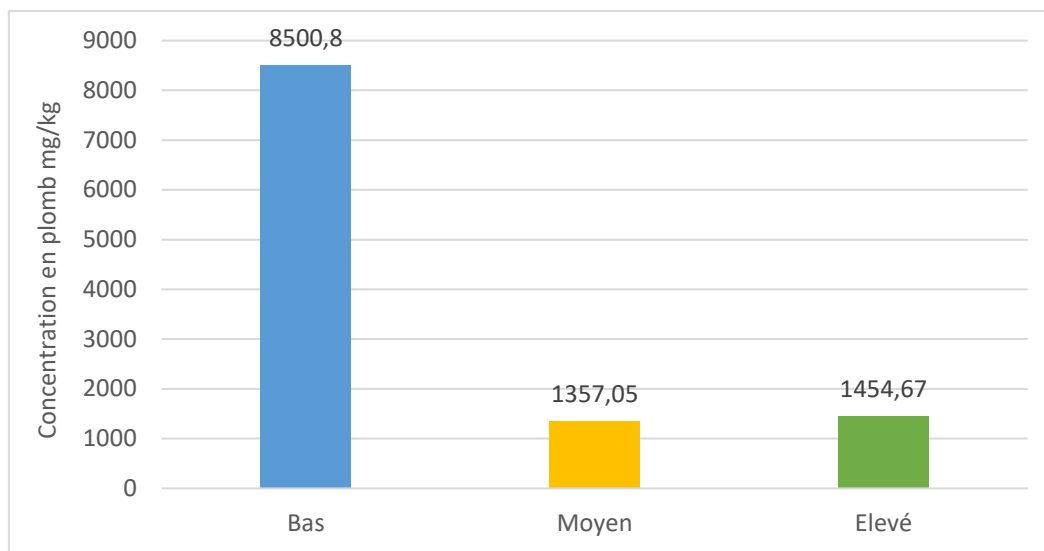
**Tableau 06 :** Résultats des échantillons non conformes selon la gamme de prix

Prix	Nombre d'échantillons total (N)	Nombre des échantillons non conformes (n)	Pourcentage des échantillons non conformes (n/N)%	Concentration maximale [Pb]		Test de khi deux (P valeur)
				En mg/l	En mg/kg	
<b>Bas</b>	40	35	87,5	531,3	8500,8	P=0,00168619<0.05
<b>Moyen</b>	24	15	62,5	74,02	1357,05	(Différence significative)
<b>Élevé</b>	11	4	36,36	82,34	1454,67	

Il est important de préciser que la répartition des gammes de prix présentée dans notre étude reflète la structure réelle du marché algérien, avec :

- 0 à 200 DZD : prix bas
- 210 à 500 DZD : prix moyen
- 510 DZD et plus : prix élevé

Note : DZD : Dinar algérien



**Figure 06 :** Histogramme des teneurs maximales enregistrées dans les échantillons non conformes, selon la gamme de prix.

## IV. Discussion

### 1. Protocole d'analyse et réglementation

Afin de déterminer la teneur en plomb dans les khôls et les crayons pour les yeux, commercialisés sur le marché algérien ; nous avons procédé à une étape de prétraitement conformément au protocole établi par l'organisation internationale de normalisation (ISO21392 :2021), par la suite le dosage a été accompli par spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAAF), selon une méthode validée conformément au protocole de la Société Française des Sciences et Techniques Pharmaceutiques (SFSTP) basé sur le profil d'exactitude.

La loi algérienne, par l'arrêté interministériel du 08 Rabie Ethani 1444, correspondant au 02 novembre 2022, portant sur l'adoption du règlement technique fixant les analyses, tests et essais sur les produits cosmétiques et d'hygiène corporelle : interdit toute présence de plomb dans le khôl (15) ; cependant il convient de souligner que l'absence d'une limite quantitative clairement définie dans l'article précité peut être une source d'incertitude et peut engendrer des difficultés quant à l'application de cette loi, tant pour les fabricants que pour les autorités de contrôle et de régulation. De ce fait, il est plus judicieux de s'appuyer sur les réglementations internationales, qui dictent des seuils précis et reconnus, facilitant l'évaluation de la conformité, tel que l'Association des Nations de l'Asie du Sud-Est (ASEAN) qui fixe une limite de 20 mg/kg, le Canada, la Chine et la FDA des Etats-Unis d'Amérique, exigent une limite à ne pas dépasser de 10 mg/kg dans les cosmétiques appliqués extérieurement, en Allemagne la BVL impose une limite plus stricte de 2 mg/kg.

Dans le cadre de cette étude, une limite de référence homogène quant à la concentration en plomb de 10 mg/kg (12) a été prise en considération pour faciliter l'évaluation et la comparaison de nos résultats.

## 2. Concentrations en plomb et conformité

Le dosage effectué sur les 75 échantillons de khôls et crayons pour les yeux, révèle un taux de conformité de 28% (uniquement 21 échantillons conformes), contre 54 échantillons non conformes, soit 72%, avec une concentration moyenne de 922,38 mg/kg, référencé à la limite de 10 mg/kg qui est la limite réglementaire choisie pour l'évaluation des résultats de notre étude. Le ratio échantillons conformes/échantillons non conformes, est très inquiétant connaissant les effets toxiques du plomb et l'utilisation diffuse de ces deux cosmétiques. En tenant compte d'autres limites : à l'exemple de celle établie par le gouvernement Allemand fixée à 2 mg/kg, seulement 2 des échantillons analysés sont inférieurs à cette valeur, représentant 2,67% de l'ensemble de nos échantillons, et un taux de non-conformité de 97,33%.

La concentration en plomb la plus élevée, est attribuée à un khôl sous forme de pierre de couleur grise à bas prix, acheté dans la région d'Azazga (Algérie), cet échantillon présente une teneur en plomb de 8500,8 mg/kg (0,85% de plomb), ce qui est extrêmement préoccupant et susceptible d'entraîner d'importants effets néfastes sur la santé des consommateurs.

Des études antérieures menés dans ce domaine, ont soulevés les mêmes préoccupations quant à la présence du plomb dans ce type de cosmétiques (khôls et crayons pour les yeux), ce qui nous servira de base pour la comparaison des résultats de notre étude :

Une étude Espagnole-Allemande, en 2021 (9), c'est portée sur un total de 12 échantillons de cosmétiques traditionnels pour les yeux à base de khôl, de différentes consistances (poudre, pierre et crayons). Ces échantillons ont été analysés afin de déterminer les concentrations en métaux lourds : les résultats en ce qui concerne les teneurs en plomb affichaient des valeurs allant de 1,73 mg/kg (0,000173%) à 410806,98 mg/kg (41,08%), avec une concentration moyenne de 61654,77 mg/kg et des taux de non-conformité de 58,33% (sept échantillons dépassant la limite réglementaire établie par le Canada, la Chine et la FDA des USA à 10mg/kg) et 75% (neuf échantillons dont la concentration en plomb est supérieure à la limite allemande établie par la BVL).

En Afghanistan, une étude datant de 2018 (20), a analysé huit échantillons de khôl sous forme de poudre et deux autres sous forme de pierre : les résultats ont révélé que la totalité des échantillons testés étaient non conformes, dépassant largement les différentes limites réglementaires, avec des valeurs allant de de 400 mg/kg, jusqu'à atteindre un maximum de 830000 mg/kg, soit 83% de plomb.

Aussi une étude algérienne de 2015 (21), portant sur nombre d'échantillons plus grand, comportant 45 khôls (en poudre, en pâte et sous forme de pierre) a révélé que 100% de l'ensemble soumis au dosage a été non conforme., enregistrant des concentrations allant de 1000 mg/kg à 318000 mg/kg (31,8% de plomb), qui représente la valeur maximale enregistrée dans cette étude, attribuée à un échantillon provenant de la région d'Annaba.

De plus, en s'appuyant sur les résultats d'autres études menées entre 1979 et 2012 ; on constate qu'onze études sur les quinze réalisées au cours de cette période présentaient 100% de non-conformité en termes de concentration en plomb, et quatre d'entre elles affichaient des pourcentages de non-conformité de 19,44% dans une étude à Oman en 1998 (22) ; 47,82% dans une étude menée à Abu-Dhabi en 2002 (23) ; 63,88% dans une étude en Grande-Bretagne, datant de 1979 (24), et 77,77% d'échantillons non conformes dans une étude réalisée en France en 2010 (25).

### 3. Facteurs associés à la teneur en plomb

- **Selon la consistance**

Dans le cadre de notre étude, des échantillons de différentes consistances (poudre, pierre, pâte, crayons), ont été examinés dans le but de déterminer la consistance du khôl présentant le taux de contamination le plus important lié à la concentration en plomb. Le résultat du test statistique ( $p < 0,05$ ), indique une différence significative entre les diverses consistances, et le taux de non-conformité en termes de teneur en plomb.

Le khôl sous forme de poudre, est la forme la plus abondante et la plus connue parmi les utilisateurs, affiche le taux de non-conformité le plus élevé avec 93,33%, ce qui met en évidence une contamination en plomb très fréquente de ce type de khôl, la teneur maximale enregistrée est de 1468,81 mg/kg. Suivent les khôls en pierre avec 75% d'échantillons non conformes et une concentration maximale de 8500,8 mg/kg. Puis les crayons pour les yeux, représentant la forme moderne du khôl, affichent un taux de non-conformité moindre avec 38,46% et une concentration maximale de 63 mg/kg. Le khôl pâteux affiche le pourcentage de non-conformité le plus faible de toutes les consistances testées avec 11,11% : un seul échantillon positif sur un total de neuf.

Une étude comparative entre la composition chimique d'un échantillon de khôl en pierre et un autre en poudre, menée au Pakistan en 2010 (26), indique que les deux échantillons analysés dépassent les limites réglementaires établies concernant les teneurs maximales en plomb dans les cosmétiques, enregistrant une concentration de 855100 mg/kg pour la pierre de khôl (soit 85,51% de plomb), principalement exprimé sous forme de sulfure de plomb : galène (PbS) ; tandis que l'échantillon de poudre affiche une concentration moindre de l'ordre de 59740 mg/kg (5,97%), qui est 14 fois inférieure à celle de la pierre, ce qui met en évidence que le khôl en poudre est obtenu en mélangeant de la poudre de pierre broyée, avec d'autres matériaux, ce qui est en adéquation avec notre étude dans laquelle les pierres affichent des teneurs allant de 74,73 mg/kg à 8500,8 mg/kg (0,85%), en comparaison avec les poudres qui affichent un maximum de 1468,81 mg/kg (0,146%), une différence attribuée à la proportion de poudre de pierre broyée rentrant dans la composition des poudres. Ces résultats rejoignent les conclusions d'autres études antérieures, confirmant que la galène (PbS) est le minerai principalement présent dans les pierres de khôl avec des taux variables pouvant atteindre jusqu'à 97,38% selon Gouitaa et al (27), cette même étude menée au Maroc en 2016, montre que les khôls sous forme de pierre ont enregistré la concentration la plus élevée inter-catégorie, avec 973800 mg/kg, suivaient par les khôls en poudre qui ont enregistré une concentration maximale de 750000 mg/kg (75% de plomb), comme dans le cas des résultats de notre étude, mention faite sur les teneurs enregistrées qui dépassent de façon critique celles enregistrées dans la nôtre. Les khôls sous forme de pâte et les crayons pour les yeux analysés par Gouitaa et al, ont enregistré des teneurs en plomb respectivement de 900 mg/kg à 5300 mg/kg et 10 mg/kg à 134580 mg/kg, ce qui est en désaccord avec celles enregistrées dans notre étude marquée par des valeurs considérablement inférieures, avec un seul échantillon pâteux non conforme affichant une concentration de 16,24 mg/kg, et des concentrations allant de 19,74 mg/kg à un maximum de 63 mg/kg concernant les crayons pour les yeux.

La différence constatée, concernant la présence du plomb a des teneurs variables, selon la consistance des cosmétiques sujets de l'étude (le khôl et les crayons oculaires), peut être liée

à plusieurs paramètres corrélés. Déjà, la pierre de khôl, principalement composée de galène, est souvent utilisée comme matière première, et sert de point de départ pour la fabrication d'autres consistances (poudres et pâtes) ; broyée, chauffée et mélangée à d'autres matériaux qui sont généralement des extraits de plantes pour obtenir les poudres et des huiles à l'exemple de l'huile de ricin pour obtenir les pâtes. Par ailleurs, le mode de fabrication artisanal et les recettes de grand-mère, qui échappent aux normes de contrôle qualité, constituant une source supplémentaire de contamination par manquement aux règles d'hygiène et par méconnaissance des limites de sécurité. Enfin, l'ajout intentionnel du plomb et ces dérivés minéraux dans les préparations du khôl, pour provoquer un larmolement et une sensation d'irritation au contact de la surface oculaire, reconnus de manière erronée comme un critère de qualité du khôl, par les utilisateurs.

- **Selon la couleur**

Les couleurs du khôl les plus connus, étaient anciennement le noir et le gris, mais notre étude a analysé d'autres couleurs : le bleu, le vert, le marron, l'orange, le blanc et le rose, qui sont utilisés de façon croissante de nos jours, et dans l'intention d'intercepter la couleur du khôl qui représente le plus de contamination en plomb.

Le résultat du test statistique, indique qu'il n'existe aucune différence significative entre la couleur des khôls et crayons pour les yeux et le taux de non-conformité lié à la teneur en plomb. Les échantillons de couleur grise affichent le taux de non-conformité le plus élevé avec 90%, puis ceux de couleur verte et bleu suivent avec respectivement 87,5% et 86,66% ; ceux de couleur noire affichent un pourcentage de positifs à 61,11% et la catégorie « autres couleurs » affiche 50% de non-conformité, attribuée à des échantillons de couleur marron, orange et rose à des concentrations respectives de 30,71 mg/kg ; 29,17 mg/kg et 19,74 mg/kg, nettement inférieures comparées aux échantillons grisâtres, avec une concentration maximale atteignant 8500,8 mg/kg, bleu (1468,81 mg/kg) ; noir (1454,67 mg/kg) et ceux de couleur verte (1357,03 mg/kg).

Selon une étude, intitulée « Eye Cosmetic 'Surma' : Hidden Threats of Lead Poisoning », menée en Inde, publiée en 2013 (28), 34 échantillons de khôl de différentes couleurs ont fait l'objet d'une analyse par spectrophotométrie d'absorption atomique : les résultats montrent que toutes les couleurs (noir, brun, orange, gris) présentaient des teneurs très élevées de plomb, en revanche les échantillons de couleur blanche affichaient des teneurs plus faibles, ce qui est similaire à notre étude, malgré la taille réduite de l'échantillon ( un blanc, un rose et un de couleur orange), limitant ainsi la validité de ce constat. Les échantillons orange ont enregistré la concentration la plus élevée en plomb avec 321300 mg/kg (32,13%), notant une divergence des résultats entre nos études respectives.

Nos résultats, rejoignent les conclusions d'une étude réalisée en Arabie-Saoudite, datant de 2008 (29), qui a évalué la teneur en métaux lourds dans 16 échantillons de khôl, les concentrations en plomb variaient entre 100 mg/kg jusqu'à atteindre un maximum de 783200 mg/kg (78,32%), détectée dans un échantillon de couleur grise, il y a lieu de préciser également que la deuxième et troisième concentration les plus élevées sont attribuées à des échantillons de la même couleur.

Les khôls de couleur bleue et verte, selon une étude de Callet Patrick, intitulée « Les khôls égyptien et marocain : origine de la couleur » (30), réalisée en 2000, leur pigmentation a

pour origine des dérivés minéraux de plomb autres que la galène qui est de couleur grise, noirâtre. La coloration bleue est souvent dû à l'utilisation de l'anglésite ( $\text{PbSO}_4$ ) de couleur grise pâle à bleu-verdâtre ou jaunâtre ; et le vert provient de lanarkite ( $\text{Pb}_2(\text{SO}_4)\text{O}$ ) qui est blanc-verdâtre à l'état de pierre, ce qui explique les concentrations élevées enregistrées par les échantillons de ces deux couleurs dans le cadre de notre étude. Un autre postulat, dans la même étude stipule que la coloration verte ou bleue du khôl peut être obtenue en mélangeant des extraits végétaux et animaux, avec la poudre de galène.

- **Selon l'origine**

Une variété concernant l'origine des échantillons analysés a été prise en évidence, on compte six origines différentes des khôls et crayons pour les yeux dans le cadre de notre étude : (local, Inde, Arabie-Saoudite, Chine, Pakistan, Europe). Le test statistique ( $p < 0,05$ ), indique une différence significative de la contamination en plomb des échantillons analysés en fonction de leur origine ; la source locale qui représente 62,66% de l'échantillon total, affiche un taux de non-conformité de 91,48%, et une concentration maximale : la plus élevée enregistrée atteignant 8500,8 mg/kg, ce qui témoigne d'une contamination fréquente des crayons et khôls locaux, et d'un manquement aux normes de sécurité. Les produits importés affichent 48,33% de non-conformité générale lié à la concentration en plomb : les échantillons provenant d'Arabie-Saoudite réputée pour la qualité supérieure de ces khôls selon les consommateurs, indiquent 100% de non-conformité, bien que le nombre d'échantillons soit faible (uniquement 2), avec une concentration maximale de 1454,67 mg/kg. Les khôls pakistanais enregistrent 50% de non-conformité et une concentration maximale de 1108,68 mg/kg, cependant ceux d'Inde et de Chine affichent le même pourcentage d'échantillons contaminés avec 33,33% et des concentrations maximales respectivement de 74,73 mg/kg et 30,71 mg/kg, enfin les khôls et crayons européens indiquent le taux de non-conformité le plus faible de 25%, et une concentration maximale de 63 mg/kg.

Une étude tunisienne datant de 2016 (31), a analysée un total de onze khôls : 5 de provenance locale (Tunisie) et 6 importés (2 d'Inde et un du Pakistan, de Chine, d'Arabie-Saoudite et d'Europe) : la teneur la plus élevée a été enregistrée dans un échantillon d'origine indienne avec 4839,5 mg/kg, suivit de l'échantillon saoudien avec 3379,9 mg/kg, puis de Chine 240,8 mg/kg et le Pakistan 101 mg/kg ; tandis que l'échantillon européen affiche la teneur la plus faible enregistrée dans l'étude avec 51,1 mg/kg, ce qui rejoint les résultats de notre étude, indiquant que, malgré une concentration supérieure à la limite réglementaire de 10 mg/kg, on note un meilleur respect des seuils comparé à d'autres échantillons originaire d'ailleurs, où les mesures de sécurité et du contrôle qualité sont moins rigoureuses.

Les résultats de notre étude rejoignent ceux obtenus dans une autre étude algérienne, publiée en 2015 (21), qui a testée 45 échantillons de khôls : 37 d'origine locale soit 82,22% et 8 importés (17,78%), les concentrations en plomb enregistrées dans les produits locaux variaient de 1000 mg/kg (0,1% en plomb) à 318000 mg/kg (31,81%), celles des échantillons importés allaient de 1000 mg/kg à 79500 mg/kg (7,95%), détectée dans un échantillon originaire d'Arabie-Saoudite.

La présence du plomb dans les crayons pour les yeux et les khôls varie selon l'origine, en fonction de plusieurs facteurs. L'aspect réglementaire et technique, constitue un facteur important de cette variation, en effet les pays dotés de réglementations strictes, imposent des seuils très rigoureux sur les teneurs maximales autorisés tant pour le plomb, que pour les autres

métaux lourds en général et des méthodes de production, de contrôle qualité exigeantes, tel est le cas des pays européens, par contre les pays asiatiques (Inde, Pakistan, Arabie-Saoudite) et l'Algérie peuvent avoir des limites réglementaires moins rigoureuses et parfois même inexistantes, en plus du mode de fabrication artisanal qui échappe au contrôle de qualité et qui est très répandu dans ces régions. Les différences culturelles et les matières premières utilisées : en ce qui est des pays européens on privilégie la sécurité et la conformité, avec des substituts modernes formulés à partir de minerais purifiés et même issus de synthèse, ce qui réduit considérablement le risque de contamination en plomb, mais en Asie, au Moyen-Orient et en Afrique, on valorise la tradition avec des recettes qui tolèrent et rajoutent intentionnellement du plomb dans les préparations du khôl, dans le but de provoquer des effets recherchés et considérés comme bénéfiques pour la santé oculaire par les utilisateurs de ce cosmétique dans ces régions (hypersécrétion lacrymale et un inconfort oculaire suivant l'application du cosmétique).

- **Selon la gamme de prix**

Le résultat du test statistique, met en évidence une différence significative entre le taux de contamination en plomb et la gamme de prix des crayons et khôls soumis au dosage. Les produits bons marché (bas prix), indiquent le taux de non-conformité et la concentration maximale les plus élevés avec 87,5%, et 8500,8 mg/kg ; les produits à prix moyen affichent 62,5% d'échantillons non conformes et 1357,05 mg/kg qui représente la concentration maximale enregistrée au sein de cette gamme de prix, les échantillons à prix élevé affichent le taux de non-conformité le plus faible avec 36,36%, et une concentration maximale inquiétante de 1454,67 mg/kg, bien supérieure à celle de la gamme moyenne.

Une étude publiée en 2021, intitulée « Comparative Analysis of the Heavy Metals Content in Selected Colored Cosmetic Products at Saudi Market » (32), a analysé 35 produits cosmétiques dont on n'a pas précisé la nature, en vue de déterminer la variation des teneurs en métaux lourds en fonction du prix. Les résultats concernant le plomb montrent que les produits à bas prix affichent le plus grand nombre d'échantillons dépassant la limite allemande de 2 mg/kg, cependant, un seul échantillon de prix élevé dépasse cette même limite établie par la BVL et aucun échantillon de prix moyen n'a été positif, ce qui confirme que les échantillons de bas prix sont plus susceptibles de contenir des teneurs élevées en plomb, ce qui est en accord avec les résultats de notre étude.

La teneur plus élevée en plomb dans les crayons pour les yeux et les khôls bons marché, en comparaison à celle des produits de haut de gamme, revient à plusieurs paramètres. Premièrement, l'absence de recherche et de sensibilisation des fabricants de khôls et crayons pour les yeux, qui accordent peu ou pas d'importance quant au respect des seuils réglementaires et des bonnes pratiques de fabrication, souvent par ignorance et manque de maîtrise, contrairement aux grandes marques commercialisant des produits à prix élevé, qui privilégient des crayons pour les yeux et des khôls sûrs et fiables, à travers des procédés de fabrication maîtrisés et validés. De plus, la qualité de la matière première, les fabricants des produits à bas prix, optent le plus souvent pour des matières premières les moins chers, aptes à contenir du plomb, dans le but de maximiser leurs gains. En outre l'absence de traçabilité, on note que la majeure partie des échantillons à bas prix analysés dans notre étude ne présentaient ni nom commerciale, ni les coordonnées du fabricant, ce qui est de nature à nuire à la qualité des produits

formulés dans ces conditions, en raison de l'impossibilité d'identifier et de localiser la source de ces produits, entravant tout éventuel contrôle par les autorités (6).

#### **4. Défis et contraintes méthodologique**

Tout au long de cette étude, nous avons été confrontés à de nombreux obstacles et contraintes, dont voici les principaux :

- **Échantillonnage représentatif et de qualité**

La réalisation d'un échantillonnage représentatif des crayons pour les yeux et des khôls commercialisés sur le marché algérien était une épreuve contraignante ; il a fallu prendre en compte, une diversité de paramètres (la consistance, la couleur, l'origine géographique et la gamme de prix). Cette étape de l'étude était d'autant plus complexe, que certains vendeurs commercialisent de faux échantillons, en faisant passer à titre d'exemple des échantillons d'origine locale à bas prix pour des échantillons importés vendus à un prix supérieur.

- **Epreuves analytiques et méthodologiques**

L'ensemble du processus depuis l'étape de prétraitement des échantillons, jusqu'à la conversion des concentrations mesurées, en incluant la calibration des instruments et automates, le contrôle qualité et le dosage des échantillons, chaque étape a représenté un défi nécessitant une rigueur méthodologique constante, afin d'éviter toute contamination et de garantir la validité des résultats.

- **Différentes limites réglementaires**

Les limites réglementaires concernant les teneurs maximales tolérables en plomb, varient d'un pays à l'autre, ce qui complique l'interprétation et la comparaison des résultats obtenus. De plus ces réglementations sont généralement établies pour l'ensemble des produits cosmétiques sans distinction spécifique pour les produits appliqués sur la muqueuse oculaire

Toutes ces épreuves surmontées au cours de cette étude, montrent sa complexité et la rigueur nécessaire pour obtenir des résultats crédibles et représentatifs.

#### **5. Recommandations**

Vu les effets nocifs du plomb sur la santé humaine, sa toxicité et les résultats obtenus dans le cadre de notre étude concernant les teneurs en ce métal lourd dans les khôls et crayons à usage oculaire ; nous conseillons ce qui suit :

- **Renforcement de la réglementation nationale**

- Etablir une réglementation claire et homogène en Algérie, concernant les teneurs maximales en plomb dans les produits cosmétiques en général et dans les khôls et crayons à usage oculaires en particulier (à l'exemple des limites établies par l'ASEAN, FDA, BVL).
- La mise en place de contrôles réguliers des cosmétiques commercialisés sur le marché local.

- Instaurer une obligation pour les fabricants de mentionner sur l'emballage de leurs produits les informations nécessaires : nom commercial, coordonnées du fabricant, la composition, conseils d'utilisation, date de fabrication et d'expiration.
- **Education et sensibilisation des fabricants et des utilisateurs**
  - Former, informer et veiller à l'application des bonnes pratiques de fabrication et de contrôle pour éviter la contamination en plomb des produits et l'exposition des fabricants.
  - Informer les utilisateurs des risques liés à l'application des khôls et crayons pour les yeux qui contiennent du plomb, et les guider dans leurs choix vers les produits des fabricants de confiance qui respectent les limites réglementaires et les bonnes pratiques de fabrication.
- **Réalisation d'études complémentaires et amélioration des techniques d'analyse**
  - La réalisation d'études supplémentaires, visant à déterminer la présence d'autres toxiques et métaux lourds, tant dans le khôl et les crayons pour les yeux que dans les autres produits cosmétiques, permettrait de renforcer les mesures préventives et d'assurer une meilleure sécurité des consommateurs.
  - Le développement de méthodes analytiques, plus sensibles à chaque étape du processus de l'analyse, constitue une démarche essentielle pour améliorer la détection des substances toxiques dans ces produits même à l'état de traces.
- **Collaboration internationale**
  - Contribuer à l'harmonisation des limites de sécurité réglementaires concernant tous les cosmétiques à l'échelle internationale.
  - Promouvoir les voies d'échange, en diffusant les dernières découvertes scientifiques et les nouvelles recommandations en matière de réglementation.

## V. Conclusion

Notre étude a traité la problématique de la présence du plomb dans le khôl et les crayons pour les yeux, commercialisés sur le marché algérien.

Pour y parvenir, nous avons analysés un total de 75 échantillons, soumis dans un premier temps à une étape de prétraitement conformément au protocole établi par l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO 21392 :2021), ensuite le dosage du plomb a été réalisé à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique à flamme (SAAF).

Les résultats interprétés selon la norme établie par la FDA, la Chine et le gouvernement canadien, montent que 54 échantillons (soit 72%) dépassent la limite fixée à 10 mg/kg, avec des concentrations particulièrement alarmantes dans les pierres de khôl, atteignant 8500,8 mg/kg, ce qui soulève de sérieuses inquiétudes quant à la sécurité de ce type de cosmétiques et aux répercussions possibles sur la santé des utilisateurs.

L'analyse statistique des résultats obtenus, indique un taux de contamination plus élevé et à des teneurs record en plomb, des produits fabriqués localement et ceux importés d'Arabie-Saoudite et d'Asie.

Ces constats mettent en évidence l'urgence de mettre en place une réglementation nationale claire et stricte, en plus d'une surveillance continue et renforcée, afin d'assurer la conformité des khôls et crayons pour les yeux commercialisés sur le marché local, avec la nécessité d'une sensibilisation tant pour les consommateurs, en ce qui concerne le choix de leurs khôls et l'impact du plomb sur leur santé et celle de leur enfants qui sont particulièrement vulnérables ; que pour les fabricants concernant les mesures réglementaires, les bonnes pratiques de fabrication et le contrôle qualité de leurs produits.

Cette étude devrait constituer une base pour de futures recherches qui visent à améliorer les conditions opérationnelles, les résultats obtenus peuvent également contribuer à la mise à jour des normes nationales relatives à la sécurité de ces produits, dans une démarche de protection et de promotion de la santé des consommateurs.

## Références :

1. Organisation mondiale de la santé, intoxication au plomb, 2024, <https://www.who.int/fr/news-room/fact-sheets/detail/lead-poisoning-and-health>
2. R. Garnier, Toxicity of lead and lead compounds, EMC-Toxicologie Pathologie 2 (2005) 67–88.
3. Emmanuel Obeng-Gyasi, Sources of lead exposure in various countries, *Rév. Environ Health* (2019) ; 34(1) : 25-34.
4. Jean-Pierre Goullé, Michel Guerbet, Recensement des niveaux d'intoxications mortelles par l'arsenic, le chrome, le mercure, le plomb, le thallium, *Toxicologie Analytique et Clinique*, Volume 28, Issue 1, 2016, Pages 16-27, ISSN 2352-0078,.
5. R.M. Al-Ashbana, b, M. Aslama, A.H. Shahb, Kohl (surma): a toxic traditional eye cosmetic study in Saudi Arabia, *Public Health* (2004) 118, 292–29.
6. Mohamed Amine Kerdoun a a , b , \* , Anissa Zergui c , Oum El-kheir Adjaine, Sabah Mekhloufi, Determination of Lead (Pb) in Kohl cosmetics sold in the south of Algeria, *Journal of Trace Elements and Minerals*, Volume 9, (2024),
7. J.-P. De Caluwé, Intoxication saturnine provoquée par l'usage prolongé de khôl, une cause sous-estimée dans les pays francophones, *Journal Français d'Ophtalmologie*, Volume, Issue 7, Pages 459-463, (2009)
8. Bellinger, DC., Mise à jour sur les tératogènes : plomb et grossesse. Malformations congénitales Rés. Un Clin. Mol. Tératol. 73, 409-420. (2005).
9. Navarro-Tapia, E. ; Serra-Delgado, M. ; Fernández-López, L. ; Meseguer-Gilabert, M. ; Falcón, M. ; Sebastiani, G. ; Sailer, S. ; Garcia-Algar, O. ; Andreu-Fernández, V. Toxic Elements in Traditional Kohl-Based Eye Cosmetics in Spanish and German Markets. *Int. J. Environ. Res. Public Health* (2021), 18, 6109.
10. ASEAN GUIDELINES ON LIMITS OF CONTAMINANTS FOR COSMETICS: Association of South East Asian Nations (ASEAN) ;(2019)
11. Safety and Technical Standards for Cosmetics: China National Institutes for Food and Drug Control (NIFDC); (2022).
12. Limiting Lead in Lipstick and Other Cosmetics: U.S. Food and Drug Administration; (2022).
13. Innocuité des ingrédients cosmétiques : Government of Canada ; (15-07-2020).
14. Afrooz Saadat-zadeh, Sina Afzalan, Reza Zadehdabagh, Leila Tishezan, Nahid Najafi, Maryam Seydtabib & Seyyed Mohammad Ali Noori (2019) Détermination des métaux lourds (plomb, cadmium, arsenic et mercure) dans les cosmétiques autorisés et non autorisés, *Toxicologie cutanée et oculaire*, 38 :3, 207-211 lien

15. Journal officiel n °7, 62ème année du dimanche 14 Rajab 1444 correspondant au 5 février 2023.
16. STP PHARMA PRATIQUES-volume 13-N 03- mai/juin 2003.
17. STP PHARMA PRATIQUES-volume 16-N 01- janvier/février 2006
18. Golden, T. Flame Atomic Absorption Spectrometry, Analytical Methods, Departement of Chemistry university of North Texas; (2015).
19. International Organization for Standards, ISO 21392 :2021 Cosmétiques – Méthodes analytiques – Détection et quantification des traces de métaux lourds. 2021.
20. McMichael, J.R., Stoff, B.K. Surma eye cosmetic in Afghanistan: a potential source of lead toxicity in children. *Eur J Pediatr* **177**, 265–268 (2018).
21. Aguni S, et al. Khôl : source d'exposition au plomb — détermination du taux de plomb dans 45 échantillons par SAAE. *Toxicologie Analytique & Clinique* (2014),
22. A.D Hardy, R Vaishnav, S.S.Z Al-Kharusi, H.H Sutherland, M.A Worthing, Composition of eye cosmetics (kohls) used in Oman, *Journal of Ethnopharmacology*, Volume 60, Issue 3, 1998, Pages 223-234, ISSN 0378-8741.
23. A.D. Hardy, H.H. Sutherland, R. Vaishnav, A study of the composition of some eye cosmetics (kohls) used in the United Arab Emirates, *Journal of Ethnopharmacology*, Volume 80, Issues 2–3, 2002, Pages 137-145, ISSN 0378-8741,
24. M. Aslam, S.S. Davis, M.A. Healy, Heavy metals in some Asian medicines and cosmetics, *Public Health*, Volume 93, Issue 5, 1979, Pages 274-284, ISSN 0033-3506,
25. Sainte C, Gille S, Montout P, Droguet C, Coursimault A, Fargette B. Utilisation des khôls traditionnels, une source sous-estimée de saturnisme infantile — analyse élémentaire de dix-huit khôls traditionnels par ICP-AES et spectrométrie de fluorescence X. *Ann Toxicol Anal* 2010 ;22(4) :181—5.
26. Ullah, Pervaiz & Mahmood, Zafar & Sualeh, Mohammad & Zoha, S. (2010). Studies on the chemical composition of kohl stone by X-ray diffractometer. *Pakistan journal of pharmaceutical sciences*. 23. 48-52.
27. H. Gouitaa, A. Bellaouchou, M. Fekhaoui, A. El Abidi, N. Mahnine, R.B. Aakame, Assessment of lead levels in traditional eye cosmetic “kohl” frequently used in Morocco and health hazard, *J. Mater. Environ. Sci.* 7 (2016) 631–637.
28. Goswami K. Eye cosmetic 'surma': hidden threats of lead poisoning. *Indian J Clin Biochem.* 2013 Jan;28(1):71-3. doi: 10.1007/s12291-012-0235-6. Epub 2012 Aug 2. PMID: 24381425; PMCID: PMC3547455.
29. Badeeb, Osama & Radwan, Ajlan & Mohammed, Walid. (2008). Kohl Al-Ethme *Journal of King Abdulaziz University: Medical Sciences*. 15. 10.4197/Med.15-4.6.

30. Callet Patrick, Les khôls égyptien et marocain : origine de la couleur. In : Horizons Maghrébins N42, P 177-183 ; 2000.
31. Nouioui MA, Mahjoubi S, Ghorbel A, Ben Haj Yahia M, Amira D, Ghorbel H, Hedhili A. Health Risk Assessment of Heavy Metals in Traditional Cosmetics Sold in Tunisian Local Markets. Int Sch Res Notices. Feb 22 ;2016
32. Suliman RS, Alghamdi SS, Ahmad D, Alghamdi RI, Alotaibi R, Alghwainm M, Aljammaz NA. Comparative Analysis of the Heavy Metals Content in Selected Colored Cosmetic Products at Saudi Market. J Adv Pharm Technol Res. 2021 Oct-Dec;12(4):430-434. doi: 10.4103/japtr.JAPTR\_150\_21. Epub 2021 Oct 20.