

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 21392

ISO/TC 217

Secrétariat: ISIRI

Début de vote:
2020-04-29

Vote clos le:
2020-07-22

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

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

ICS: 71.100.70

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 21392](#)

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

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/DIS 21392:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/DIS 21392

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



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, Geneva
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Website: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives.....	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage et équipement	2
5.1 Récipients pour la digestion	2
5.2 Instruments de digestion assistée par micro-ondes	2
5.3 Filtre à membrane, taille de pore : 0,45 µm.....	3
5.4 ICP-MS.....	3
6 Préparation des solutions étalons	3
6.1 Acide nitrique dilué, obtenu en mélangeant de l'acide nitrique (4.2) avec de l'eau pure (4.1) selon une proportion d'environ 1 + 9 parts, respectivement.....	3
6.2 Solution de dilution	3
6.3 Solutions d'étalon interne	3
6.3.1 Solution étalon de rhodium(*), 1 mg/l.....	4
6.3.2 Solution étalon de lutétium(*), 1 mg/l.....	4
6.4 Solutions étalons	4
6.4.1 Solution étalon mixte à haute concentration, 10 mg/l.....	4
6.4.2 Solution étalon mixte à basse concentration, 0,1 mg/l.....	4
6.5 Solution de blanc d'étalonnage	4
6.6 Solutions d'étalonnage	5
7 Mode opératoire	6
7.1 Généralités	6
7.2 Préparation des échantillons	6
7.3 Digestion sous pression	6
7.3.1 Préparation de l'échantillon par digestion – Cas général.....	6
7.3.2 Préparation de l'échantillon par digestion – Cas particuliers.....	7
7.3.3 Mode opératoire de digestion par micro-ondes.....	7
7.3.4 Préparation des solutions de mesurage.....	7
7.4 Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif	8
7.4.1 Conditions de fonctionnement ICP-MS.....	8
7.4.2 Quantification des analytes par ICP-MS	9
7.5 Contrôle qualité (CQ) de l'analyse	10
7.5.1 Au cours de la digestion	10
7.5.2 Au cours de l'analyse.....	11
7.5.3 Exemple de séquence ICP-MS.....	12
8 Calculs.....	13
9 Performance de la méthode.....	13
Annexe A Performance de la méthode déterminée par l'approche du profil d'exactitude.....	14
Annexe B (informative) Informations relatives à l'évaluation de la méthode au moyen de l'approche statistique de l'ISO 5725 (*)	17
Bibliographie.....	25

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La présente norme spécifie un mode opératoire d'analyse pour le dosage, dans les produits cosmétiques finis, des éléments traces (chrome, cobalt, nickel, arsenic, cadmium, antimoine et plomb) par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS), après digestion sous pression de l'échantillon. Ce type de mode opératoire d'analyse fait l'objet de nombreuses descriptions dans d'autres domaines tels que l'environnement^{[1][2][3]}, l'alimentation^{[1][2][3]} et l'industrie pharmaceutique^{[7][8][9][10]}.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/DIS 21392

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

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

1 Domaine d'application

La présente norme vise à fournir une méthode de quantification des éléments traces métalliques dans les produits cosmétiques, auxquels les consommateurs sont susceptibles d'être exposés lors de l'utilisation. Le mode opératoire de préparation des échantillons fait intervenir un mélange acide nitrique/acide chlorhydrique et la plupart des ingrédients cosmétiques sont digérés, ce qui permet de solubiliser les éléments traces métalliques en vue de leur mesurage. Certains ingrédients cosmétiques inorganiques, tels que la silice ou le dioxyde de titane, pourraient ne pas être complètement digérés dans les conditions fixées par la présente norme et les éléments traces métalliques contenus dans ces ingrédients pourraient ne pas être totalement extraits. Toutefois, les éléments traces métalliques piégés dans ces matériaux inorganiques sont considérés comme moins pertinents pour l'évaluation du niveau d'exposition des consommateurs à des éléments traces indésirables. L'utilisation de l'ICP-MS garantit une mesure fiable des éléments traces, grâce à ses sensibilité et sélectivité élevées reconnues.

Cette méthode d'analyse peut s'appliquer à de nombreux autres éléments, mais la présente norme ne traite que des éléments traces énumérés ci-avant, il incombe donc à l'analyste de démontrer qu'elle est adaptée aux fins recherchées. Afin d'obtenir des résultats comparables, il est impératif de se conformer à toutes les conditions fixées concernant la digestion des échantillons.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Principe

Les éléments traces présents dans les produits cosmétiques sont quantifiés par mesurage par ICP-MS des solutions résultant de la digestion de ces produits. La digestion est effectuée avec des acides minéraux dans des récipients hermétiquement clos, chauffés à 200 °C par micro-ondes, ce qui génère des pressions élevées.

4 Réactifs

Les réactifs et l'eau utilisés doivent être exempts des éléments à doser, de sorte que les résultats ne soient pas faussés. Sauf spécification contraire, les solutions sont des solutions aqueuses.

4.1 Eau ultrapure, de conductivité inférieure à 0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$ à 25 °C, conformément aux spécifications relatives à l'eau de qualité 1 définies dans l'ISO 3696^[11].

4.2 Acide nitrique, $w = 60 \%$ au minimum, masse volumique = 1,38 g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, $w = 30 \%$ au minimum, masse volumique = 1,15 g/ml.

4.4 Solutions mères d'étalon interne

Se référer aux spécifications des fournisseurs pour ce qui concerne les conditions de stockage et de stabilité des solutions mères d'étalon interne.

4.4.1 Solution mère de rhodium, 1 000 mg/l.

4.4.2 Solution mère de lutétium, 1 000 mg/l.

4.5 Solutions mères d'analytes (chrome, cobalt, nickel, arsenic, cadmium, antimoine et plomb), 1 000 mg/l pour chaque élément.

Il est possible d'utiliser des solutions mères disponibles dans le commerce, qu'elles soient mono- ou multi-élémentaires. Dans les deux cas, les solutions mères utilisées ne doivent pas contenir d'éléments susceptibles d'interférer avec les analytes à quantifier.

4.6 Solution de réglage de l'ICP-MS disponible dans le commerce, contenant, par exemple, Ce, Co, Li, Mg, Tl ou Y (1 µg/l), conformément aux recommandations du fabricant de l'appareil.

5 Appareillage et équipement

Tous les appareils et équipements entrant directement en contact avec l'échantillon ou les solutions doivent être prénettoyés à l'acide nitrique dilué (6.1) et rincés à l'eau ultrapure (4.1) afin de garantir un bruit de fond analytique le plus faible possible. Pour éviter toute contamination et adsorption, ne pas utiliser d'équipements de laboratoire en verre borosilicaté.

5.1 Récipients pour la digestion

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

Pour le dosage de l'antimoine, utiliser uniquement des récipients de digestion à rugosité de surface minimale, afin d'éviter que cet élément adhère à la surface du récipient^{(6)[12]}. L'utilisation de contenants en quartz est recommandée, car ils sont généralement plus résistants à l'attrition. Toutefois, les récipients en téflon ne présentant ni rayure ni détérioration de leur surface interne ni aucun dépôt sont appropriés. Il convient de ne pas utiliser de récipients éraflés ou endommagés. En cas de doute concernant l'adsorption possible de l'antimoine par les parois des récipients, effectuer l'essai comme décrit en 7.3.3.

NOTE 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. Pour éviter les effets mémoire, après la digestion d'échantillons fortement chargés et avant de procéder à la digestion des échantillons suivants, effectuer une digestion à blanc pour nettoyer les récipients.

5.2 Instruments de digestion assistée par micro-ondes

Les systèmes de chauffage par micro-ondes doivent être équipés d'un dispositif de mesure de la température qui permet également de régler la puissance des micro-ondes. Par exemple, des capteurs de mesure placés 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 capteurs de température et étalonner ces derniers avant utilisation.

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

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

5.4 ICP-MS

Le spectromètre de masse avec plasma d'argon à couplage inductif est composé d'une zone d'introduction de l'échantillon et d'un système d'atomisation, ainsi que d'une unité de commande et d'évaluation de l'instrument. Pour éviter les interférences sur les masses des éléments chrome, nickel, arsenic et cadmium, utiliser un spectromètre de masse capable de neutraliser ou de réduire au minimum ces interférences (par exemple, avec cellule de collision et/ou de réaction, résolution supérieure à 3 000, ou encore équations correctives pour les concentrations plus élevées).

6 Préparation des solutions étalons

Pour toutes les solutions, le terme « part », utilisé dans cette norme, fait référence au volume ou au poids. Cela signifie que les étalons et les échantillons peuvent être dilués en volume ou en poids. Toutefois, il convient d'être cohérent dans le traitement des étalons et des échantillons.

6.1 Acide nitrique dilué, obtenu en mélangeant de l'acide nitrique (4.2) avec de l'eau pure (4.1) selon une proportion d'environ 1 + 9 parts, respectivement.

6.2 Solution de dilution

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

- 2,5 parts d'acide nitrique (4.2) ;
- 0,5 part d'acide chlorhydrique (4.3) ;
- 97 parts d'eau (4.1).

6.3 Solutions d'étalon interne

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

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

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

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

— La concentration des solutions d'étalon interne doit être comprise entre 1 mg/l et 2 mg/l. Dans les paragraphes qui suivent, tous les calculs ont été effectués sur la base d'une concentration de 1 mg/l.

6.3.1 Solution étalon de rhodium(*), 1 mg/l

Diluer la solution mère de rhodium (4.4.1), 1 + 999, avec la solution de dilution (6.2). Cette solution d'étalon interne demeure stable à température ambiante pendant 6 mois.

6.3.2 Solution étalon de lutétium(*), 1 mg/l

Diluer la solution mère de lutétium (4.4.2), 1 + 999, avec la solution de dilution (6.2). Cette solution d'étalon interne demeure stable à température ambiante pendant 6 mois.

(*) NOTE L'indium ou l'iridium peuvent également être utilisés comme étalons internes.

6.4 Solutions étalons

Les concentrations de ces solutions étalons sont données à titre d'exemple et doivent être adaptées aux conditions spécifiques des laboratoires.

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

Procéder à une dilution au centième des solutions mères d'analytes (3.5), en ajoutant :

- dans le cas de solutions mères mono-élémentaires, 1 part de chacune des 7 solutions pour 93 parts de solution de dilution (6.2) ;
- dans le cas d'une solution mère multi-élémentaire, 1 part de cette solution pour 99 parts de solution de dilution (6.2).

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

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

Procéder à une dilution au centième de la solution étalon à haute concentration (5.4.1), en ajoutant 1 part de cette solution à 99 parts de la solution de dilution (6.2). Cette solution étalon à basse concentration demeure stable à température ambiante pendant 3 mois.

6.5 Solution de blanc d'étalonnage

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

6.6 Solutions d'étalonnage

Les solutions d'étalonnage mixtes sont préparées en diluant la solution étalon mixte à basse concentration (6.4.2) avec la solution de dilution (6.2) à des niveaux situés dans la gamme linéaire de l'instrument et dans la gamme de concentrations cibles. Introduire une concentration adéquate des étalons internes appropriés ou ajouter les étalons internes en ligne, par pompage dans le flux d'échantillon au moyen d'un raccord en Y. Il convient de préparer au moins 3 solutions d'étalonnage de différentes concentrations. Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées le jour même.

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

Tableau 1a — Exemples de solutions d'étalonnage pour l'ICP-MS – Ajout des étalons internes dans chaque solution d'étalonnage

Solution d'étalonnage	Part(s) de solution étalon mixte à basse concentration (6.4.2)	Part(s) de solution étalon de rhodium (6.3.1)	Part(s) de solution étalon de lutétium (6.3.2)	Part(s) de solution de dilution (6.2)	Concentration en analytes dans la solution d'étalonnage ($\mu\text{g/l}$)
5.5.0 Solution de blanc d'étalonnage	0	2	2	496	0
5.5.1 Solution d'étalonnage 1	2,5	2	2	493,5	0,5
5.5.2 Solution d'étalonnage 2	5	2	2	491	1
5.5.3 Solution d'étalonnage 3	10	2	2	486	2
5.5.4 Solution d'étalonnage 4	25	2	2	471	5
5.5.5 Solution d'étalonnage 5	50	2	2	446	10

Tableau 1b — Exemples de solutions d'étalonnage pour l'ICP-MS – Ajout en ligne des étalons internes au moyen d'un raccord en Y

Solution d'étalonnage	Part(s) de solution étalon mixte à basse concentration (6.4.2)	Part(s) de solution de dilution (6.2)	Concentration en analytes dans la solution d'étalonnage ($\mu\text{g/l}$)
5.5.0 Solution de blanc d'étalonnage	0	500	0
5.5.1 Solution d'étalonnage 1	2,5	497,5	0,5
5.5.2 Solution d'étalonnage 2	5	495	1
5.5.3 Solution d'étalonnage 3	10	490	2
5.5.4 Solution d'étalonnage 4	25	475	5
5.5.5 Solution d'étalonnage 5	50	450	10

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente norme peut impliquer la mise en œuvre de matériaux, d'opérations et de matériels dangereux. La présente norme ne traite pas l'ensemble des problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de cette norme de prendre les mesures appropriées pour garantir la sécurité et la santé du personnel avant d'appliquer la norme, et de satisfaire aux exigences légales en la matière.

7.2 Préparation des échantillons

Homogénéiser les échantillons au moyen de dispositifs appropriés. Après homogénéisation, nettoyer soigneusement les dispositifs afin d'éviter toute contamination de l'échantillon suivant. L'étape de préparation de l'échantillon doit permettre d'obtenir un matériau de départ homogène pour une certaine quantité d'échantillon pesée.

7.3 Digestion sous pression

AVERTISSEMENT 1 — En fonction du niveau ou de la réactivité de l'échantillon, il peut s'avérer nécessaire de peser des quantités inférieures à celles spécifiées en 7.3.1 afin d'éviter toute réaction extrême ou explosion. Il doit être tenu compte du fait que la digestion d'échantillons à haute teneur en carbone (par exemple, sucres, graisses, huiles, cires) peut provoquer des explosions. Les alcools ou les solvants associés à l'acide nitrique concentré peuvent provoquer de graves réactions différées, même à température ambiante. Par conséquent, il est vivement recommandé d'évaporer doucement tous les composants volatils avant d'ajouter l'acide (7.3.2).

AVERTISSEMENT 2 — Les échantillons qui ne sont pas recouverts par l'acide peuvent provoquer une surchauffe locale du récipient de digestion, entraînant ainsi une fusion locale suivie de l'éclatement du contenant de digestion. Avant la digestion, s'assurer que l'échantillon est entièrement recouvert par le mélange acide.

La température et la pression dans les récipients doivent être soigneusement contrôlées pour garantir une digestion efficace (5.2). Pour éviter les différences de température et de pression entre les récipients, il convient de ne procéder à la digestion que d'échantillons de composition similaire dans une même série de digestion assistée par micro-ondes.

7.3.1 Préparation de l'échantillon par digestion – Cas général

Peser avec précision 200 mg d'échantillon, environ, dans un récipient de digestion.

Ajouter 1 ml d'eau (4.1) et bien mélanger 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 (4.2) à la solution et mélanger de nouveau. Il convient que l'échantillon soit complètement recouvert par la solution. Laisser le mélange reposer dans un récipient de digestion fermé, pour s'assurer que la réaction préliminaire ait lieu. Selon la réactivité de l'échantillon, la durée de la réaction préliminaire peut nécessiter des périodes de repos comprises entre 30 minutes et toute une nuit.

Ajouter ensuite 1 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et mélanger brièvement. Après l'ajout de l'acide chlorhydrique, le récipient sous pression doit être immédiatement fermé de manière hermétique pour s'assurer que le gaz chloré formé soit disponible pour la réaction et ne s'évapore pas.