Santé Canada Health Canada

# MÉTHODE OFFICIELLE

## Thyroide

Publication autorisée par le
ministre de la Santé

| | |
|---|---|
| Date | 1981/10/15 |
| Date changements de nature administrative | 2003/11/17 |

**Direction générale des produits de santé et des aliments**

Canada

## I. APPLICATION

Cette méthode doit être celle employée pour doser la thyroïde, comme le stipule l'article 0.06.251 du *Règlement sur les aliments et drogues*.

## II. RÉACTIFS

Des réactifs de qualité ACS ou équivalente doivent être employés.

(1) Carbonate de potassium anhydre

(2) Acide phosphorique dilue (1 dans 2)

(3) Solution de phenol (1 dans 20)

(4) Solution de brome. Solution saturée de brome préparée en agitant 2 à 3 mL de brome et 100 mL d'eau distillée froide, dans une fiole munie d'un bouchon de verre dont le bouchon a été graissé à la vaseline. Conservez au frais et à l'abri de la lumière.

(5) Solution d'iodure de potassium. Dissolvez 16.5 g d'iodure de potassium dans une quantité suffisante d'eau distillée pour 100 mL. Conservez dans des récipients ne laissant pas passer la lumière.

(6) Solution d'amidon. Délayez 1 g d'amidon soluble additionné de 10 mg d'iodure mercurique rouge dans une quantité suffisante d'eau pour obtenir une pâte légère. Ajoutez 200 mL d'eau distillée bouillante et laissez bouillir 1 minute en agitant constamment. Laissez refroidir et n'utilisez que la solution limpide.

(7) Thiosulfate de sodium 0.01 N. Dissolvez environ 26 g de thiosulfate de sodium et 20 mg de carbonate de sodium dans 1000 mL d'eau récemment bouillie et refroidie. Étalonnez la solution comme suit:

Pesez exactement environ 210 mg de dichromate de potassium étalon, préalablement pulvérisé et séché à 120°C pendant 4 heures. Introduisez la prise d'essai dans une fiole de 500 mL munie d'un bouchon de verre et dissolvez-la dans 100 ml d'eau. Agitez pour dissoudre; retirez le bouchon et ajoutez rapidement 3 g d'iodure de potassium, 2 g de bicarbonate de sodium et 5 mL d'acide chlorhydrique. Bouchez, mélangez en agitant et laissez reposer dans l'obscurité pendant 10 minutes. Rincez le bouchon et les parois de la fiole avec de l'eau et titrez l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à coloration verte jaunâtre. Ajoutez 3 mL de la solution d'amidon et continuez à titrer jusqu'à décoloration du bleu. Calculez la normalité. Diluez quantitativement cette solution au dixième (thiosulfate de sodium 0.01 N).

## III. MATÉRIEL DE LABORATOIRE

(1) Four à moufle

(2) Creusets en porcelaine

(3) Verrerie de laboratoire courante

(4) Papier ioduro-amidonné

## IV. DOSAGE

(1) Dans un creuset de porcelaine pesez exactement 1 g de thyroïde ou proportionnellement moins si la teneur en iode est supérieure à 0.2 pourcent.

(2) Ajoutez 7 g de carbonate de *potassium anhydre*.

(3) Mélanger soigneusement en tapotant plusieurs fois le creuset pour tasser le mélange.

(4) Recouvrez d'une autre prise de 10 g de *carbonate de potassium anhydre* et tassez bien en tapotant.

(5) Calcinez le mélange pendant 25 minutes à une température comprise entre 675°C et 700°C dans un four à moufle préalablement chauffé à cette température.

(6) Laissez refroidir et ajoutez 20 mL d'eau distillée ou plus au besoin.

(7) Portez doucement à ébullition et décantez sur un filtre dans une fiole conique de taille appropriée.

(8) Recommencez l'extraction en portant à ébullition avec 20 mL d'eau distillée.

(9) Lavez le creuset et le produit de calcination sur le filtre avec de l'eau distillée chaude jusqu'à l'obtention d'environ 200 mL de filtrat.

(10) Ajoutez 7 mL de *solution de brome* fraîchement préparée.

(11) Puis ajoutez lentement 40 mL *d'acide phosphorique dilue* (1 dans 2) et faites bouillir jusqu'à ce que le papier ioduro-amidonné ne soit-plus coloré en bleu par les vapeurs.

(12) Au cours de l'ébullition ajoutez, au besoin, de temps à autre de l'eau distillée pour maintenir le volume à au moins 200 mL.

(13) Lavez les parois de la fiole avec de l'eau distillée et continuez à faire bouillir pendant 5 minutes.

(14) Laissez refroidir; ajoutez 5 mL de la *solution de phenol* (1 dons 20).

(15) Rinçez les parois de la fiole et laissez reposer 5 minutes.

(16) Ajoutez 2 mL *d'acide phosphorique dilue (1 dans 2)* et 5 mL de la *solution d'iodure de potassium*.

(17) Titrez immédiatement avec la solution 0.01 N de thiosulfate de sodium en ajoutant 3 mL de la *solution d'amidon* lorsque le virage approche.

(18) Faites un essai à blanc et apportez les corrections nécessaires.

(19) Chaque mL de solution 0.0100 N de thiosulfate de sodium correspond à 0.2115 mg d'iode (I).

## V. BIBLIOGRAPHIE

(1) The Pharmacopeia of the United States of America,

Vingtième édition, 1980, Mack Printing Company, Eastman, PA 18042, E.U.A.

La méthode de 3 pages, précédemment décrite, qui porte l'identification DO-26, THYROIDE et qui est datée du 15 octobre 1981, est déclarée comme étant la "méthode officielle" à laquelle fait référence l'article C.06.251 du *Règlement des aliments et drogues*.