

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
20647

FIL  
234

Première édition  
2015-11-01

---

---

**Formules infantiles et produits  
nutritionnels pour adultes —  
Détermination de la teneur en iode  
total — Spectrométrie de masse avec  
plasma à couplage inductif (ICP-SM)**

*Infant formula and adult nutritionals — Determination of total iodine  
— Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 20647:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>



Numéros de référence  
ISO 20647:2015(F)  
FIL 234:2015(F)

© ISO et FIL 2015

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 20647:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2015, Publié en Suisse

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  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

International Dairy Federation  
Silver Building • Bd Auguste Reyers 70/B • B-1030 Brussels  
Tel. + 32 2 325 67 40  
Fax + 32 2 325 67 41  
info@fil-idf.org  
www.fil-idf.org

# Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>6</b>
<b>5</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>7</b>
5.1    Reconstitution.....	7
5.2    Préparation de l'échantillon.....	7
5.3    Ajout des réactifs.....	7
5.4    Minéralisation à l'étuve.....	7
5.5    Minéralisation par micro-ondes en récipient ouvert.....	8
5.6    Filtration de l'échantillon.....	9
5.7    Dilution de l'échantillon.....	9
5.8    Détermination.....	9
5.9    Conditionnement.....	10
5.10   Étalonnage.....	10
5.11   Analyse de l'échantillon.....	10
5.12   Acceptabilité des données.....	11
<b>6</b> <b>Calculs</b> .....	<b>11</b>
<b>7</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>12</b>
7.1    Essai interlaboratoires.....	12
7.2    Répétabilité.....	12
7.3    Reproductibilité.....	12
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Données de fidélité</b> .....	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</b>

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 20647:2015

<https://standards.iteh.ai/en/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>

## 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 (CEI) 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](http://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/patents](http://www.iso.org/patents)).

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, et pour toute autre 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](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bcc0-4a5b947d925d/iso-20647-2015).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers* et la Fédération Internationale du Lait (FIL), en collaboration avec l'AOAC INTERNATIONAL. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément, par l'AOAC INTERNATIONAL. La méthode décrite dans la présente Norme internationale est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2012.15: *Iode total dans les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes/formules nutritionnelles pédiatriques - Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM)*.

La FIL (Fédération internationale du lait) est une organisation privée à but non lucratif qui représente les intérêts des divers acteurs de la filière laitière au niveau international. Les membres de la FIL sont organisés en comités nationaux, qui sont des associations nationales composées de représentants de groupes d'intérêt nationaux dans le secteur des produits laitiers, incluant des producteurs laitiers, des acteurs de l'industrie de transformation des produits laitiers, des fournisseurs de produits laitiers, des universitaires et des représentants des gouvernements/autorités chargées du contrôle des aliments.

L'ISO et la FIL collaborent étroitement sur toutes les activités de normalisation concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers. Depuis 2001, l'ISO et la FIL publient conjointement leurs Normes internationales en utilisant les logos et les numéros de référence des deux organisations.

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. La FIL 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](http://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.

L'ISO 20647|FIL 234 a été élaborée par le comité permanent de la FIL chargé des *Méthodes d'analyse de la composition* et par le comité technique de l'ISO, l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec l'AOAC INTERNATIONAL. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément, par l'AOAC INTERNATIONAL. La méthode décrite dans la présente Norme internationale est l'équivalent de la méthode officielle de l'AOAC 2012.15: *Iode total dans les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes/formules nutritionnelles pédiatriques - Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM)*.

L'ensemble des travaux a été confié à l'équipe d'action mixte ISO/FIL C37 du comité permanent chargé des *Méthodes d'analyse de la composition*, sous la conduite de son chef de projet, M. Erik Konings (CH).

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 20647:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>

# Formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes — Détermination de la teneur en iode total — Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM)

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. La présente Norme internationale n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Avant d'utiliser la présente Norme internationale, il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées de sécurité et de protection de la santé et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative de la teneur en iode total dans les formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes<sup>[1]</sup>. La méthode s'applique au dosage de l'iode total dans les formules infantiles et dans les produits nutritionnels pour adultes entre 0,5 µg/100 g et 1 500 µg/100 g de produit final reconstitué et dans les produits prêts à servir entre 2,5 µg/100 g et 1 000 µg/100 g par ICP-SM.

La méthode a fait l'objet d'une étude interlaboratoires en utilisant diverses formules infantiles et produits nutritionnels pour adultes. Les niveaux obtenus variaient de 3,47 µg/100 g à 124 µg/100 g. Pour toutes les données de fidélité liées à l'étude interlaboratoires, voir le [Tableau A.1](#).

[ISO 20647:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bee0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>

## 2 Principe

La minéralisation se fait en utilisant une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) dans une étuve ou dans un système à micro-ondes en récipient ouvert. Après minéralisation, l'iode est stabilisé avec de l'hydroxyde d'ammonium et du thiosulfate de sodium. La solution est portée au volume puis filtrée. Le filtrat est analysé directement ou après dilution par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-SM).

## 3 Réactifs et matériaux

Pendant l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou déminéralisée ou de l'eau d'une pureté équivalente. Des produits chimiques et des réactifs équivalents peuvent être utilisés.

### 3.1 Granulés de KOH, de qualité ACS certifiée, par exemple Fisher Scientific, Fairlawn, NJ<sup>1)</sup>.

NOTE KOH peut contribuer à des niveaux parasites élevés d'iode.

### 3.2 Hydroxyde d'ammonium (NH<sub>4</sub>OH), 28 % à 30 % (m/m), de qualité ACS PLUS certifiée, Fisher Scientific<sup>1)</sup>.

### 3.3 Thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), pureté ≥ 99,99 %, pureté du métal, Fisher Scientific<sup>1)</sup>.

1) Ceci est un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO ou de la FIL à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

3.4 **Tensioactif**, par exemple Triton®X-100, Sigma, St. Louis, MO<sup>1</sup>).

3.5 **Acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>)**, Optima, haute pureté, Fisher Scientific<sup>1</sup>).

3.6 **Acide perchlorique (HClO<sub>4</sub>)**, 70 % (m/m).

3.7 **Eau purifiée**, 18 MΩ/cm.

### 3.8 Étalons de référence

3.8.1 **Solution étalon à base d'iodure dans l'eau**, concentration massique  $\rho = 1\ 000\ \mu\text{g/ml}$ , SPEX CertiPrep<sup>1</sup>).

3.8.2 **Solution étalon à base d'iodure dans 1 % de triéthylamine (TEA)**,  $\rho = 1\ 000\ \mu\text{g/ml}$ , Inorganic Ventures<sup>1</sup>).

3.8.3 **Matériau de référence standard MRS 1849a**, du NIST (National Institute of Standards and Technology), formule infantile/produit nutritionnel pour adultes.

L'une des solutions mères de référence à base d'iodure peut être utilisée pour préparer les solutions étalons intermédiaires et de travail. La source restante peut être utilisée comme solution de contrôle d'étalonnage continu (CCV). Des étalons de référence équivalents peuvent être utilisés. Le terme « iode » désigne l'iodure tout au long de la présente Norme internationale.

### 3.9 Étalons internes

(standards.iteh.ai)

3.9.1 **Solution étalon à base de praséodymium (Pr) dans 5 % de HNO<sub>3</sub>**,  $\rho = 10\ \mu\text{g/ml}$ , Inorganic Ventures<sup>1</sup>).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71c2b95e-50ec-4d1e-bec0-4a5b947d925d/iso-20647-2015>

Les valeurs individuelles de l'iode sont rapportées pour chaque échantillon pour essai utilisant du praséodymium en tant qu'étalon interne. Des solutions mères d'étalons internes équivalentes peuvent être utilisées.

### 3.10 Préparation des solutions de réactifs

#### 3.10.1 Généralités

Préparer toutes les solutions de réactifs, selon les recommandations, en masse par volume ou en volume par volume. Il n'est pas nécessaire d'ajuster la pureté et/ou la concentration.

#### 3.10.2 Solution KOH, $\rho = 50\ \text{g/l}$ .

Dissoudre 25 g de granulés de KOH dans une quantité appropriée d'eau purifiée, puis compléter à 500 ml avec de l'eau purifiée. Cette solution peut être ajoutée en utilisant un distributeur volumétrique répétitif à pipette. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

#### 3.10.3 Concentré stabilisateur

Dissoudre 5 g de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans une quantité appropriée d'eau purifiée, ajouter 50 ml de NH<sub>4</sub>OH puis compléter à 500 ml avec de l'eau purifiée. La concentration obtenue est de 10 % de NH<sub>4</sub>OH et de 1 % de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans l'eau purifiée. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.



### 3.10.4 Solution de lavage (rinçage)

Dissoudre 2 g de tensioactif (3.4) dans une quantité appropriée d'eau purifiée, ajouter 20 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  puis compléter à 2 000 ml avec de l'eau purifiée. La concentration obtenue est de 1 % de  $\text{NH}_4\text{OH}$  et de 0,1 % de tensioactif dans l'eau purifiée. Cette solution peut être ajoutée en utilisant un distributeur volumétrique répétitif à pipette. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

### 3.10.5 Diluant

Dissoudre 10 g de granulés de KOH et 0,4 g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dans une quantité appropriée d'eau purifiée, ajouter 4 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  puis compléter à 2 000 ml avec de l'eau purifiée. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

Pour un volume inférieur, diluer 50 ml de KOH à 5 % et 10 ml de concentré stabilisateur (3.10.3) à 500 ml avec de l'eau purifiée. Les concentrations obtenues pour les deux préparations sont de 0,5 % de KOH, 0,2 % de  $\text{NH}_4\text{OH}$  et 0,02 % de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dans l'eau purifiée. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

### 3.10.6 Solution de conditionnement

Préparer, par aliquotage, 25 ml d'une solution KOH (3.10.2) puis compléter à 250 ml avec de l'eau purifiée. Utiliser cette solution pour conditionner l'instrument avant l'analyse. La concentration obtenue est de 5 g/l de KOH. Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

### 3.10.7 Solution vecteur

(standards.iteh.ai)

Cette solution est l'équivalent de la solution de lavage (3.10.4). La solution vecteur est utilisée pour introduire la solution d'échantillon dans le nébulisateur à travers le système d'introduction de l'échantillonneur automatique ICP-SM. La solution vecteur est introduite à l'aide d'une pompe péristaltique, en utilisant un tube de pompe en polyvinylchlorure à deux robinets (diamètre intérieur = 0,76 mm). Conserver cette solution à température ambiante. Les réactifs sont périmés 6 mois après la date de préparation.

## 3.11 Préparation des solutions étalons

### 3.11.1 Généralités

Les solutions mères sont stables jusqu'à la date de péremption indiquée sur le certificat d'analyse. Les solutions étalons mères intermédiaires, les solutions d'étalonnage, les solutions de contrôle d'étalonnage continu et les solutions étalons internes sont stables à température ambiante jusqu'à la date de péremption la plus proche de tous les composants utilisés pour préparer la solution. Ces solutions sont prêtes à utiliser pour l'analyse. Ne les soumettre à aucun des différents modes opératoires utilisés pour préparer les échantillons réels (c'est-à-dire les formules infantiles et les produits nutritionnels pour adultes) pour analyse.

### 3.11.2 Solutions mères à base d'iode et de praséodymium

Il est recommandé d'acheter des solutions étalons mères à base d'iode et de praséodymium fournies avec des certificats d'analyse.

### 3.11.3 Solutions étalons mères intermédiaires (ISS) à base d'iode

Préparer les solutions étalons mères intermédiaires à base d'iode conformément au [Tableau 1](#).

Ces solutions ISS sont utilisées pour préparer les solutions d'étalonnage et sont généralement préparées conformément au [Tableau 1](#). Les concentrations des ISS présentées sont nominales. À l'aide

de la concentration initiale en iode indiquée sur le certificat d'analyse, déterminer la concentration exacte de chaque ISS. Il convient d'utiliser une pipette électronique à volume réglable, capable d'injecter 100 µl à 5 000 µl.

**Tableau 1 — Préparation des solutions étalons mères intermédiaires (ISS) à base d'iode**

Nom de la solution étalon à base d'iode	Nom de la solution utilisée pour la préparation	Concentration initiale en iode ng/ml	Volume d'aliquote ml	Volume final ml	Concentration finale en iode ng/ml
10 000 (ISS)	Mère	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ISS)	10 000 (ISS)	10 000	5	50	1 000
10,0 (ISS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,0

Aliquoter la quantité appropriée de solution étalon à base d'iode dans un tube jetable de 50 ml (4.1) et ajouter 5 ml de concentré stabilisateur (3.10.3), remplir avec de l'eau jusqu'au trait des 50 ml du tube, boucher le tube puis mélanger soigneusement. La concentration matricielle obtenue est de 1 % de NH<sub>4</sub>OH et de 0,1 % de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans l'eau.

### 3.11.4 Solutions d'étalonnage (CS) à base d'iode

Préparer les solutions étalons mères intermédiaires à base d'iode conformément au [Tableau 2](#).

Les concentrations types en iode des CS sont nominalement de 0,250 ng/ml, 0,500 ng/ml, 1,00 ng/ml, 10,0 ng/ml, 50,0 ng/ml et 100 ng/ml et sont généralement préparées conformément au [Tableau 2](#). Le blanc d'étalonnage est le point zéro de la courbe. En cas d'utilisation d'un spectromètre ICP-SM Perkin Elmer<sup>2)</sup> équipé d'un logiciel ELAN<sup>2)</sup>, il convient que la courbe passe par zéro. En cas d'utilisation d'un spectromètre ICP-SM Agilent<sup>2)</sup> ou Thermo<sup>2)</sup>, forcer la courbe à passer par le blanc d'étalonnage. La courbe d'étalonnage doit avoir un coefficient de corrélation ( $r$ ) de  $\geq 0,998$  pour être acceptable. Déterminer la concentration exacte de chaque CS (raccordable au certificat d'analyse) et assigner ces valeurs aux points de la courbe utilisés pour produire les résultats finaux. Il convient d'utiliser une pipette électronique à volume réglable, capable d'injecter 100 µl à 5 000 µl.

**Tableau 2 — Préparation de la solution d'étalonnage (CS) à base d'iode et du blanc d'étalonnage (CB)**

Nom de la solution étalon à base d'iode	Nom de la solution utilisée pour la préparation	Concentration initiale en iode ng/ml	Volume d'aliquote ml	Volume final ml	Concentration finale en iode ng/ml
100 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	5	50	100
50,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	2,5	50	50,0
10,0 (CS)	1 000 (ISS)	1 000	0,5	50	10,0
1,00 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	5	50	1,00
0,500 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	2,5	50	0,500
0,250 (CS)	10,0 (ISS)	10,0	1,25	50	0,250
Blanc (CB)	n.a. <sup>a</sup>	n.a. <sup>a</sup>	n.a. <sup>a</sup>	50	0

Aliquoter la quantité appropriée de solution étalon à base d'iode dans un tube jetable de 50 ml (4.1) et ajouter 5 ml de KOH à 5 % et 1 ml de concentré stabilisateur (3.10.3), remplir avec de l'eau jusqu'au trait des 50 ml du tube, boucher le tube puis mélanger soigneusement. La concentration matricielle obtenue est de 0,5 % de KOH, d'environ 0,2 % de NH<sub>4</sub>OH et d'environ 0,02 % de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans l'eau.

<sup>a</sup> n.a. non applicable.

2) Ceci est un exemple d'un produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO ou de la FIL à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

### 3.11.5 Solution intermédiaire de contrôle d'étalonnage continu (ICCV), solution de contrôle d'étalonnage continu (CCV) à base d'iode et blanc d'étalonnage continu (CCB)

Une solution CCV doit être préparée à partir d'une source différente de celle utilisée pour les solutions CS. Par exemple, si une solution mère de SPEX CertiPrep<sup>2)</sup> a été utilisée pour préparer les solutions CS, ne pas utiliser cette même solution pour préparer la solution CCV. À la place, utiliser une solution mère de Inorganic Ventures<sup>2)</sup> (ou d'un autre fabricant approprié) pour préparer la solution CCV.

Préparer la solution intermédiaire de contrôle d'étalonnage continu, la solution étalon de contrôle d'étalonnage continu et le blanc d'étalonnage continu conformément au [Tableau 3](#).

Les solutions ICCV sont utilisées pour préparer la solution étalon CCV et sont généralement préparées conformément au [Tableau 3](#). Les concentrations des ICCV et des CCV présentées sont nominales. À l'aide de la concentration initiale en iode indiquée sur le certificat d'analyse (à partir de la deuxième source), déterminer la concentration exacte de chaque ICCV. Grâce à cette information, déterminer la concentration exacte de la solution étalon CCV. Il convient d'utiliser une pipette électronique à volume réglable, capable d'injecter 100 µl à 5 000 µl.

**Tableau 3 — Préparation de la solution intermédiaire de contrôle d'étalonnage continu (ICCV), de la solution de contrôle d'étalonnage continu (CCV) à base d'iode et du blanc d'étalonnage continu (CCB)**

Nom de la solution étalon à base d'iode	Nom de la solution utilisée pour la préparation	Concentration initiale en iode ng/ml	Volume d'ali- quote (ml)	Volume final (ml)	Concentration finale en iode ng/ml
10 000 (ICCV)	Mère	1 000 000	0,5	50	10 000
1 000 (ICCV)	10 000 (ICCV)	10 000	5	50	1 000
10,0 (CCV)	1 000 (ICCV)	1 000	0,5	50	10,0
Blanc (CCB)	n.a. <sup>a</sup>	n.a. <sup>a</sup>	n.a. <sup>a</sup>	50	0

Aliquoter la quantité appropriée de solution étalon à base d'iode dans un tube jetable de 50 ml (4.1), remplir avec du diluant (3.10.5) jusqu'au trait des 50 ml du tube, boucher le tube puis mélanger soigneusement. La concentration matricielle obtenue est de 0,5 % de KOH, d'environ 0,2 % de NH<sub>4</sub>OH et d'environ 0,02 % de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dans l'eau.

Pour le blanc (CCB), remplir un tube jetable de 50 ml (4.1) avec du diluant (3.10.5), boucher le tube puis mélanger soigneusement.

<sup>a</sup> n.a. non applicable.

### 3.11.6 Solution étalon interne (IS)

Préparer la solution étalon interne conformément au [Tableau 4](#).

La concentration de IS généralement utilisée pour l'analyse est de 30 ng/ml de Pr. Le [Tableau 4](#) décrit le schéma de préparation type pour la concentration de l'étalon interne.

**Tableau 4 — Préparation de la solution étalon interne (IS)**

Nom de la solution étalon	Nom de la solution utilisée pour la préparation	Concentration initiale ng/ml	Volume d'ali- quote (ml)	Volume final (ml)	Concentration finale en iode ng/ml
30,0 (Pr)	Mère	10 000	1,5	500 <sup>a</sup>	30,0

<sup>a</sup> Après avoir aliquoté la solution de Pr à 10 000 ng/ dans le récipient de 500 ml, ajouter environ 100 ml d'eau, 10 ml de HNO<sub>3</sub>, 0,5 ml de HClO<sub>4</sub>, 0,05 g de Triton® X-100 puis porter au volume avec de l'eau et mélanger soigneusement. La concentration obtenue est de 2 % de HNO<sub>3</sub>, 0,1 % de HClO<sub>4</sub> et 0,01 % de Triton® X-100 dans l'eau.

NOTE Étant donné que certains appareils d'ICP-SM offrent une meilleure sensibilité, la concentration en Pr peut être ajustée en conséquence pour produire des intensités similaires à l'intensité générée par l'étalon d'iode à 50,0 ng/ml.