



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

SELM-1

Matériau de référence certifié de levure enrichie de sélénium

SELM-1 est un matériau de référence certifié (MRC) de levure enrichie en sélénium du Conseil national de recherches du Canada (CNRC) contenant des informations sur la teneur en sélénium total, en sélénométhionine et en méthionine. Une unité de SELM-1 consiste en environ 8 grammes de levure enrichie en sélénium dans un flacon en verre ambré.

Le tableau suivant montre les espèces analysées pour lesquelles on a établi des valeurs certifiées pour SELM-1. Les valeurs certifiées sont basées sur la moyenne non pondérée des résultats de données provenant de trois séries de mesures indépendantes dans le cas de la sélénométhionine (SeMet) et de la méthionine (Met) et de deux mesures indépendantes de la teneur totale en sélénium. L'incertitude élargie (U_{MRC}) de la valeur certifiée est égale à $U = k u_c$, où u_c est l'incertitude type combinée calculée selon le Guide [1] de JCGM et k est le facteur de couverture. La valeur de u_c est déterminée à partir des incertitudes combinées des différentes méthodes d'analyse (u_{car}) ainsi que des incertitudes attribuables à l'homogénéité (u_{hom}) et à la stabilité (u_{stab}). On veut que U_{MRC} englobe tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la quantité mesurée [2,3]. Un facteur de couverture de deux ($k = 2$) a été appliqué.

Tableau 1: Valeurs des quantités certifiées et incertitudes élargies ($k = 2$) pour SELM-1

Measurand	Fraction massique, mg/kg
total sélénium	2031 ± 70
sélénométhionine	3190 ± 260
méthionine	5790 ± 100

Les méthodes d'analyse utilisées/élaborées pour déterminer la quantité de SeMet et de Met dans les matrices de levures sont documentées dans les publications examinées par un comité de lecture [4-9]. Les valeurs des propriétés ont été déterminées par GC-MS à dilution isotopique et par LC-MS à dilution isotopique (SeMet et Met) et par ICP-MS à dilution isotopique et ICP-AES pour la teneur totale en Se.

Outre la SeMet, un certain nombre d'espèces de Se ont été détectées dans la levure et plus particulièrement dans le CRM SELM-1 du CNRC. Veuillez consulter la réf. [10] et la base de données associée du CNRC, disponible dans les Archives numériques du CNRC [11]. En plus des espèces moléculaires de Se, des nanoparticules de Se ont également été détectées dans la MRC SELM-1 [12].

Valeurs certifiées

Les valeurs certifiées sont celles que le CNRC considère comme les plus fiables en ce qui a trait à l'exactitude. Pour les établir, toutes les sources connues ou présumées d'erreur systématique et on les a incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont la meilleure estimation de la valeur réelle et de l'incertitude.

Utilisation prévue

Ce matériau de référence certifié vise l'étalonnage des instruments et l'évaluation des méthodes d'analyse de la SeMet, de la Met et de la teneur totale en sélénium dans les levures ou les matières contenues dans des matrices semblables. Le matériau n'est pas destiné aux usages nutritionnels, médicaux ou diagnostiques parce que sa sécurité n'a pas été établie. Une masse minimale de l'échantillon de 60 mg est recommandée.

Entreposage et prélèvement d'échantillons

Ce matériau doit être entreposé à une température de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour assurer la stabilité de la SeMet et de la Met. Le contenant doit être tourné et agité pour assurer que son contenu est bien mélangé avant d'utiliser le matériau. La bouteille doit ensuite être bien refermée et entreposée de nouveau à une température de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Directives de séchage

On doit utiliser une aliquote distincte de l'échantillon pour obtenir un facteur de correction du poids sec. Le séchage pendant 4 jours dans un appareil de cryodessiccation s'est révélé être une méthode relativement simple pour obtenir un poids constant. La teneur en humidité en SELM-1 est estimée à 0,043 g/g.

Préparation du matériau

On a utilisé un échantillon de levure sélénié (levure cultivée dans un milieu enrichi de sélénium) sec, de source commerciale, pour préparer ce CRM. On n'a fait aucune autre présélection ou mélange. Le matériau a été embouteillé «tel quel». Le matériau a été embouteillé dans des bouteilles de verre propres de couleur ambre (poids nominal du matériau : 8 g). Pendant l'embouteillage, l'espace non rempli a été purgé d'air avec de l'argon. Après l'embouteillage, le matériau a été stérilisé en le soumettant à une dose minimum d'irradiation gamma de 25 kGy.

Stabilité

La stabilité à long et à court terme (transport) de SELM-1 a été évaluée et considérée comme satisfaisante pour le Se total. Cependant, quelques pertes mineures de Met et SeMet ont été observées et une composante d'incertitude de stabilité a donc été attribuée.

Homogénéité

L'homogénéité de ce matériau a été analysée par ANOVA selon les résultats de bouteilles choisies au hasard. Les résultats de différentes bouteilles déterminés par ID-GC-MS ont mené aux éléments d'incertitude signalés au tableau 2. L'homogénéité est valable pour les sous-échantillons de 60 mg ou plus.

Incertitude

Les incertitudes liées à la caractérisation du lot (u_{car}), à la variation d'une bouteille à l'autre (u_{hom}), que l'instabilité dérivée des effets liés à l'entreposage à long terme et au transport (u_{stab}), et à la variation d'une méthode de dosage à l'autre ($u_{méthode}$) ont été prises en compte pour l'estimation de l'incertitude combinée totale (u_c). Ces incertitudes sont données dans le tableau 2 sous forme d'incertitudes types.

Tableau 2: Éléments d'incertitude pour le SELM-1

Élément	u_c , mg/kg	u_{car} , mg/kg	u_{hom} , mg/kg	u_{stab} , mg/kg	$u_{méthode}$, mg/kg
total sélénium	35	11	15	–	30
sélénométhionine	130	30	20	99	80
méthionine	50	20	30	32	10

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans ce certificat d'analyse sont rattachables au le système international d'unités (SI) grâce à des étalons de pureté établie préparés par gravimétrie. Ainsi, le SELM-1 constitue un matériau de référence adéquat pour des programmes d'assurance de la qualité en laboratoire, conformément à la norme ISO/IEC 17025.

Système de gestion de la qualité (ISO 17034, ISO/IEC 17025)

Ce matériel a été produit conformément au Système de gestion de la qualité de Métrologie du CNRC, qui est conforme aux exigences des normes ISO 17034 et ISO/IEC 17025. Le Système de gestion de la qualité de Métrologie qui appuie les aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages du CNRC, tel qu'il est indiqué dans la base de données des comparaisons clés du Bureau international des poids et mesures (BIPM) (http://kcdb.bipm.org/default_fr.asp), a été examiné et approuvé sous l'autorité du Système interaméricain de métrologie (SIM) et s'est avéré conforme aux attentes de l'Arrangement de reconnaissance mutuelle du CIPM. L'approbation SIM est disponible sur demande.

Mises à jour

Pour les mises à jour, veuillez consulter le site doi.org/10.4224/crm.2010.selm-1

Références

1. Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM100:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>
2. J. Pauwels, A. van der Veen, A. Lamberty, H. Schimmel (2000) Evaluation of uncertainty of reference materials. *Accred Qual Assur.*, 5: 95-99. doi.org/10.1007/s007690050020
3. J. Pauwels, A. Lamberty, H. Schimmel (1998) The determination of the uncertainty of reference materials certified by laboratory intercomparison. *Accred Qual Assur.*, 3: 180-184. doi.org/10.1007/s007690050218
4. S. McSheehy, L. Yang, R. Sturgeon, Z. Mester (2005) Determination of Methionine and Selenomethionine in Selenium-Enriched Yeast by Species-Specific Isotope Dilution with Liquid Chromatography–Mass Spectrometry and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Detection. *Anal. Chem.*, 77: 344-349. doi.org/10.1021/ac048637e

5. S. McSheehy, J. Kelly, L. Tessier, Z. Mester (2005) Identification of selenomethionine in selenized yeast using two-dimensional liquid chromatography-mass spectrometry based proteomic analysis. *Analyst*, 130: 35-37. doi.org/10.1039/B414246B
6. L. Yang, Z. Mester, R. E. Sturgeon (2004) Determination of Methionine and Selenomethionine in Yeast by Species-Specific Isotope Dilution GC/MS. *Anal. Chem.*, 76: 5149-5156. doi.org/10.1021/ac049475p
7. L. Yang, R. E. Sturgeon, S. McSheehy, Z. Mester (2004) Comparison of extraction methods for quantitation of methionine and selenomethionine in yeast by species specific isotope dilution gas chromatography–mass spectrometry. *J. Chromatogr. A.* 1055: 177-184. doi.org/10.1016/j.chroma.2004.09.018
8. L. Yang, R. E. Sturgeon, W. R. Wolf, R. J. Goldschmidt, Z. Mester (2004) Determination of selenomethionine in yeast using CNBr derivatization and species specific isotope dilution GC/MS and GC-MS. *J. Anal. At. Spectrom.*, 19: 1448-1453. doi.org/10.1039/B410543E
9. L. Yang, P. Maxwell, Z. Mester (2013) Microwave-assisted acid digestion protocol for the determination of methionine and selenomethionine in selenium-enriched yeast by species specific isotope dilution GC-MS. *Anal. Methods*, 5: 525-529. doi.org/10.1039/C2AY25498K
10. K. L. LeBlanc, Z. Mester (2021) Compilation of selenium metabolite data in selenized yeasts. *Metallomics*, 13: mfab031. doi.org/10.1093/mtomcs/mfab031
11. K. L. LeBlanc, Z. Mester (2020) Catalogue of selenium metabolites in selenized yeast. National Research Council Canada. doi.org/10.4224/40001921
12. R. Álvarez-Fernández García, M. Corte-Rodríguez, M. Macke, K. L. LeBlanc, Z. Mester, M. Montes-Bayón, J. Bettmer (2020) Addressing the presence of biogenic selenium nanoparticles in yeast cells: analytical strategies based on ICP-TQ-MS. *Analyst*, 145: 1457-165. doi.org/10.1039/c9an01565e
13. A. Possolo, B. Toman (2007) Assessment of measurement uncertainty via observation equations *Metrologia*, 44: 464-475. doi.org/10.1088/0026-1394/44/6/005
14. M. Thompson, S.L.R. Ellison (2011) Dark uncertainty. *Accred. Qual. Assur.* 16: 483-487. doi.org/10.1007/s00769-011-0803-0

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant le SELM-1 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2010.selm-1.

Auteurs

Z. Mester¹, C. Brophy¹, M. McCooeye¹, V.P. Clancy¹, P. Maxwell¹, S. McSheehy¹, R.E. Sturgeon¹, S.N. Willie¹, L. Yang¹ et K. LeBlanc¹

¹ Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa (Ontario) K1A 0R6, Canada

Remerciements

Les contributions de Thomas Tompkins, Lallemand, Montréal, Canada sont remerciés.

Citation

Mester Z, Brophy C, et al. SELM-1: Matériau de référence certifié de levure enrichie de sélénium. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2010. Disponible à l'adresse suivante doi.org/10.4224/crm.2010.selm-1.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

SELM-1

Date de publication : juin 2005

Date d'expiration : juin 2032

Révisé : décembre 2006, mai 2010, mai 2015 (modifications rédactionnelles, valeurs certifiées révisées pour sélénium total, SeMet et Met; date d'expiration révisée), mars 2016 (modifications rédactionnelles), janvier 2019 (date d'expiration révisée et modifications rédactionnelles), juin 2022 (date d'expiration révisée et modifications rédactionnelles)

Approuvée par : _____



Zoltan Mester, Ph.D.
Chef d'équipe, Métrologie chimique - Inorganique
Métrologie CNRC

Ce certificat n'est valide que si le matériau correspondant a été obtenu directement du CNRC ou d'un revendeur autorisé.

Conseil national de recherches Canada
Métrologie
1200, chemin de Montréal
Édifice M36, Pièce 1029
Ottawa (Ontario) K1A 0R6

Téléphone : 613-993-2359
Télécopieur : 613-993-8915
Courriel CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca

