Conseil national de recherches Canada | National Research Council Canada

Fiche d'information

Matériau de référence

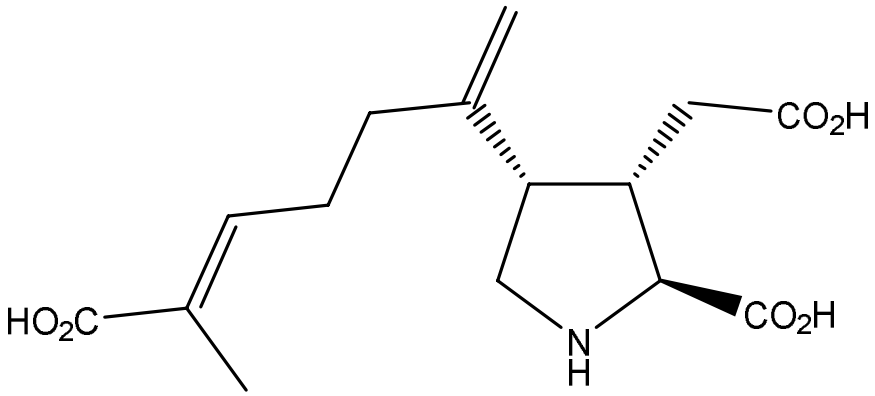
RM-iDAc (lot nº 20051028)

Solution d'étalonnage d'acide isodomoïque C

L'acide isodomoïque C (iDAc) est un isomère de l'acide domoïque (AD), qui a été détecté dans des échantillons de mollusques et crustacés. Il a été montré qu'il est produit par la diatomée *Pseudo-nitzschia australis* [1,2]. Le RM-iDAc est une solution d'étalonnage non certifiée d'iDAc dans un mélange acétonitrile/eau (1/9 v/v).

Tableau 1 : Concentration du RM-iDAc.

Composé	µmol/L (à +20 °C)	µg/mL (à +20 °C)	µg/g
Acide isodomoïque C	12,7 ± 1,0	4,0 ± 0,3	4,0 ± 0,3



Acide isodomoïque C
Nº CAS : 101899-45-0
InChIkey : OKFIHTSZDXUGQB-PGPNUJALSA-N
Formule moléculaire : $C_{15}H_{21}NO_6$
Masse moléculaire : 311,3 g/mol
$[M+H]^+$ *m/z* 312,14

Période de validité : 1 an à partir de la date de vente
Conditions de stockage : +4 °C

Canada

Utilisation prévue

Le RM-iDAc est une solution d'étalonnage conçue pour le développement de méthodes d'analyse et le dosage de l'iDAc. Sa concentration convient à la préparation d'une série de dilutions pour l'étalonnage d'instruments tels qu'un système de chromatographie en phase liquide avec détection par mesure d'absorption ultraviolette (CPL-UV) ou par spectrométrie de masse (CPL-SM). Elle convient aussi au dopage d'échantillons de contrôle pour détermination de taux de récupération.

Instructions pour l'utilisation et le stockage

Pour s'assurer de leur stabilité, les ampoules de RM-iDAc devraient être conservées à +4 °C.

Avant d'ouvrir une ampoule, il faudrait la laisser revenir à la température ambiante et bien mélanger son contenu. Les ampoules devraient être ouvertes au niveau de la ligne prélimée. Une fois l'ampoule ouverte, des aliquotes précises devraient être transférées avec un équipement volumétrique étalonné dans des flacons ou fioles jaugés. Une augmentation de la concentration due à l'évaporation du solvant se produira si l'ampoule de solution est laissée à l'air libre plus de quelques minutes. *Remarque* : le volume de la solution n'est pas certifié. Tout le contenu de l'ampoule ne devrait donc pas être simplement transféré dans une fiole jaugée, puis dilué au volume.

Préparation du RM-iDAc et valeur assignée

L'iDAc a été isolé à l'Institut Cawthron (Nelson, Nouvelle-Zélande) d'une culture de *Pseudo-nitzschia australis*, purifié par chromatographie, puis desséché sous vide jusqu'à la forme anhydre. La structure et la pureté de l'iDAc ont été évaluées par RMN de ^{1}H, chromatographie en phase liquide avec détection de l'azote par chimiluminescence (CPL-CLN) [3], CPL-SM (figures 1 et 2) [4] et CPL-UV (figure 3) [5]. De faibles niveaux d'analogues de l'AD sont présents dans le RM-iDAc (< 0,1 µg/mL chacun).

Une solution mère a été préparée en diluant l'iDAc purifié dans de l'eau désionisée. Le dosage a été réalisé par RMN de ^{1}H (RMNq) [6] et CPL-CLN. Le RM-iDAc a été préparé en diluant la solution mère avec de l'acétonitrile de haute pureté dans de l'eau désionisée (1/9 v/v). Des aliquotes ont été placées dans des ampoules en verre ambré préalablement remplies d'argon et immédiatement scellées à la flamme. Chaque ampoule contient environ 0,5 mL de solution.

La concentration (tableau 1) a été déterminée en utilisant de la caféine (qualité USP) comme étalon externe pour les mesures par RMNq et CPL-CLN.

Homogénéité

Aucune hétérogénéité n'a été détectée lors des analyses par CPL-SM d'ampoules de RM-iDAc choisies au hasard dans la série d'ampoules préparées.

Stabilité

Aucune modification détectable de la concentration du RM-iDAc n'a été observée lors du stockage à long terme. L'AD et l'iDAc sont de proches analogues [7]. La stabilité de l'AD ayant été étudiée à fond avec le même diluant, une bonne stabilité identique du RM-iDAc est attendue dans les conditions de stockage recommandées.

Consignes de sécurité

Il a été montré que la toxicité de l'iDAc est inférieure à celle de l'AD [8]. Toutefois, pour éviter des blessures, seules des personnes qualifiées devraient manipuler cette solution et des méthodes d'élimination appropriées devraient être suivies. Il faudrait porter des gants épais et une protection pour les yeux quand on ouvre une ampoule, au cas où le verre se briserait. Une fiche de données de sécurité (FDS) est disponible pour le RM-iDAc.

Période de validité

Dans une ampoule non ouverte conservée dans les conditions de stockage recommandées de +4 °C, la concentration du RM-iDAc est valide pendant 1 an à partir de la date de vente.

Références

1. Holland P.T., Selwood A.I., Mountfort D.O., Wilkins A.L., Mcnabb P., Rhodes L.L., Doucette G.J., Mikulski C.M. et King K.L.; 2005; Isodomoic acid C, an unusual amnesic shellfish poisoning toxin from *Pseudo-nitzschia australis;* Chem. Res. Toxicol., 18, pp. 814–816.
2. Olesen A.J., Leithoff A., Altenburger A., Krock B., Beszteri B., Eggers S.L. et Lundholm N.; 2021; First evidence of the toxin domoic acid in Antarctic diatom species; Toxins (Basel), 13.
3. Thomas K., Wechsler D., Chen Y.M., Crain S. et Quilliam M.A.; 2016; Analysis of natural toxins by liquid chromatography-chemiluminescence nitrogen detection and application to the preparation of certified reference materials; J. AOAC Int., 99, p. 1173-1184.
4. Quilliam M.A., Thomson B.A., Scott G.J. et Siu K.W.M.; 1989; Ion-spray mass spectrometry of marine neurotoxins; Rapid Commun. Mass Spectrom., 3, pp. 145–150.
5. Quilliam M.A., Sim P.G., McCulloch A.W. et McInnes A.G.; 1989; High-performance liquid chromatography of domoic acid, a marine neurotoxin, with application to shellfish and plankton; Int. J. Environ. Anal. Chem.; 36, pp. 139–154.
6. Burton I.W., Quilliam M.A. et Walter J.A.; 2005; Quantitative ^{1}H NMR with external standards: Use in preparation of calibration solutions for algal toxins and other natural products; Anal. Chem., 77, pp. 3123–3131.
7. Thomas K., Perez-Calderon R.A., Crain S. et Quilliam M.A.; 2014; CRM-DA-g, a certified calibration solution for domoic acid; Biotoxin Metrology Technical Report CRM-DA-g, Conseil national de recherches du Canada, Halifax.
8. Munday R., Holland P., McNabb P., Selwood A. et Rhodes L.; 2008; Comparative toxicity to mice of domoic acid and isodomoic acids A, B and C; Toxicon, 52, p. 954-956.

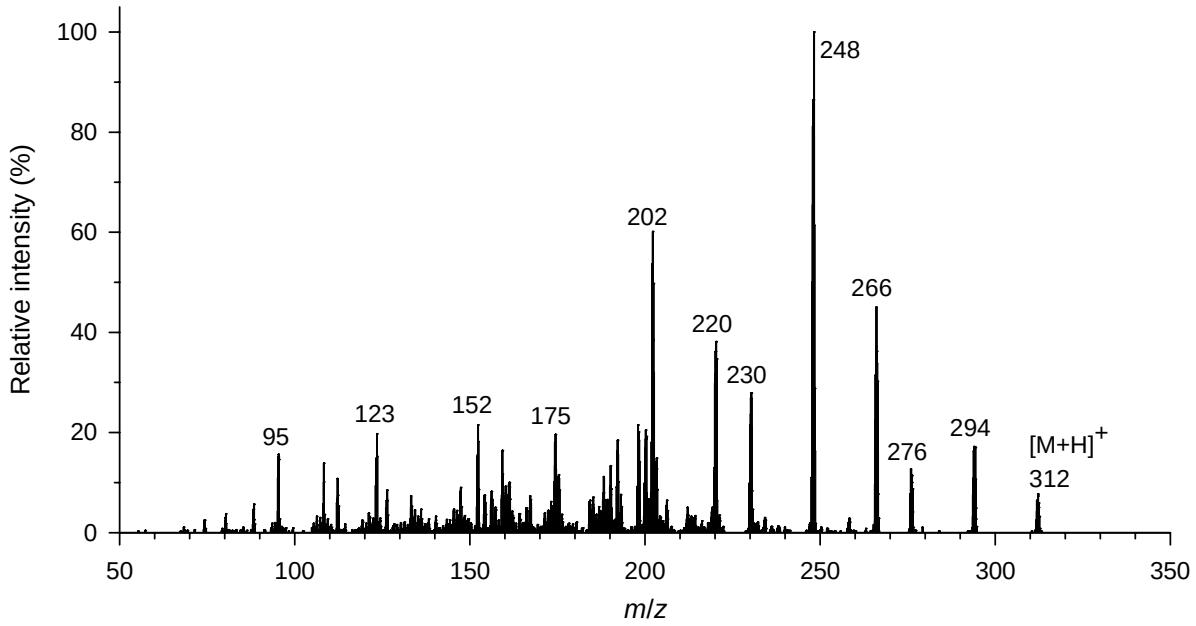


Figure 1 : Spectre des ions produits de l'iDAc obtenu lors d'analyses par CPL-SM/SM du RM-iDAc. Conditions : CPL Agilent 1100 et SM AB Sciex 4000; colonne Luna C8(2) (150 × 2 mm, 3 µm) à +30 °C; 0,2 mL/min; élution isocratique avec 15 % acétonitrile/eau avec 0,2 % d'acide formique; volume injecté 2 µL; *m/z* 312 avec potentiel de désagrégation de 50 V et énergie de collision de 25 V.

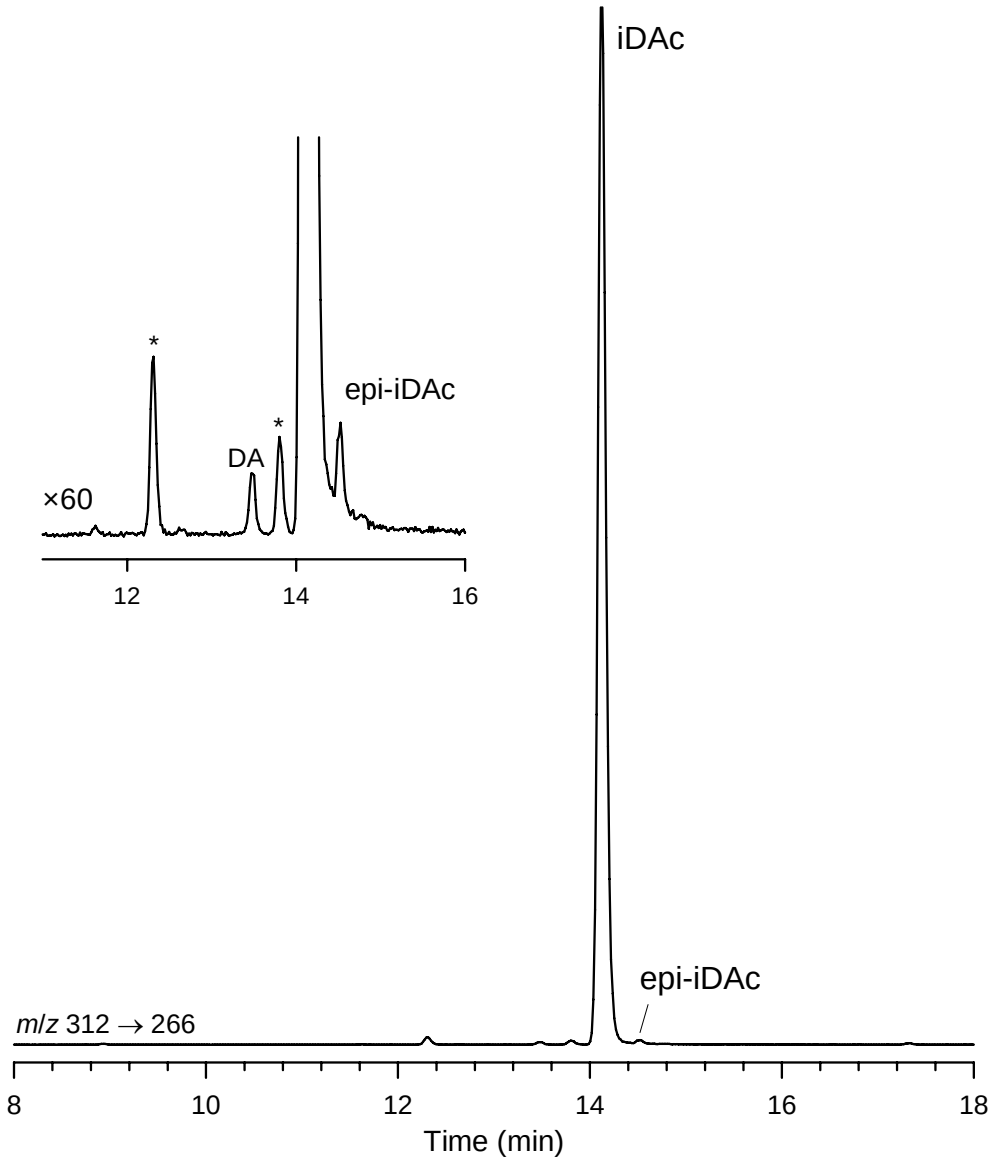


Figure 2 : Chromatogramme de CPL-SM/SM du RM-iDAc. Conditions : colonne Luna C18(2) (4,6 × 150 mm, 3 µm); phase mobile : (A) eau désionisée avec 0,2 % d'acide formique; (B) acétonitrile avec 0,2 % d'acide formique; gradient : 5 à 25 % de B en 25 min, 0,9 mL/min à +30 °C; volume injecté 25 µL. Les pics marqués par un astérisque (*) sont des isomères non déterminés de l'acide domoïque.

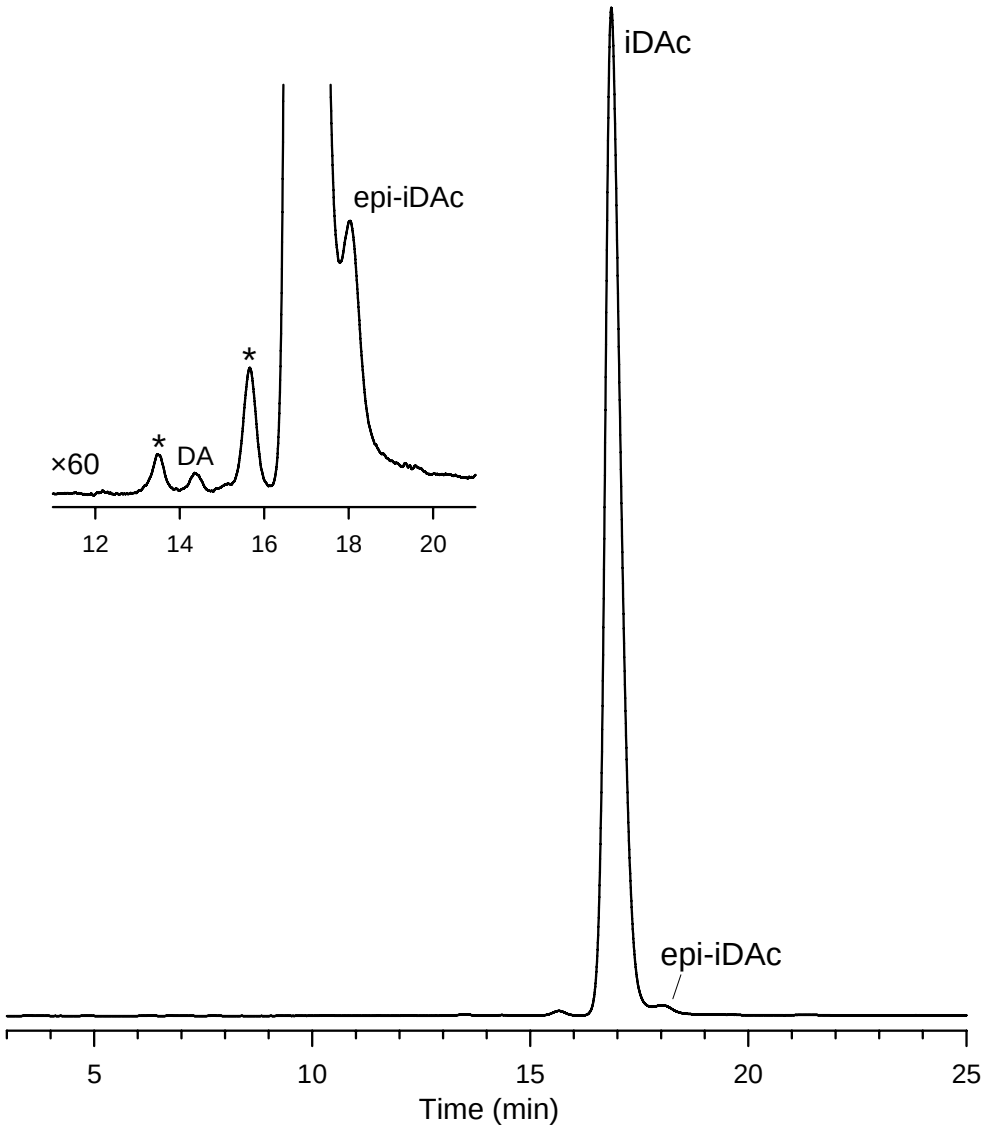


Figure 3 : Chromatogramme de CPL-UV de la solution mère utilisée pour le RM-iDAc. Conditions : colonne Luna C18(2) (2,1 × 100 mm, 3 µm); phase mobile : (A) eau désionisée avec 0,1 % d'acide trifluoroacétique; (B) acétonitrile avec 0,1 % d'acide trifluoroacétique; élution isocratique 10 % B, 0,2 mL/min à +30 °C; volume injecté 2 µL. Absorbance UV mesurée à 220 nm. Les pics marqués avec un astérisque (*) sont ceux d'isomères non identifiés de l'acide domoïque.

Canada

Remerciements

Les membres suivants du personnel du CNRC ont contribué à la production et à la caractérisation du RM-iDAc : S. Crain, W. Hardstaff, P. LeBlanc, D. Marciniak, P. McCarron, M.A. Quilliam et K. Thomas. Yi-Min Chen de l'Université nationale Cheng-Kung, Taiwan, est remercié pour sa contribution au projet. La matière brute utilisée pour produire le RM-iDAc a été fournie par l'Institut Cawthron de la Nouvelle-Zélande.

Le présent document devrait être cité de la manière suivante :

Thomas K., Crain S., Hardstaff W., Chen Y.M., Quilliam M.A. et McCarron P.; « RM-iDAc, une solution d'étalonnage d'acide isodomoïque C »; fiche d'information de Métrologie des biotoxines RM-iDAc-20051028, Conseil national de recherches du Canada, Halifax.

DOI https://doi.org/10.4224/crm.2022.idac.20051028

Date de délivrance : Avril 2022
Version du document : 20220412

Approuvé par :

Pearse McCarron, Ph. D.
Chef d'équipe, Métrologie des biotoxines

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

Adresser tout commentaire, toute information ou toute requête à :

Conseil national de recherches Canada
1411, rue Oxford
Halifax (Nouvelle-Écosse) B3H 3Z1
Canada

Téléphone : 1-902-426-8281
Télécopieur : 1-902-426-5426
Courriel : CRM-MRCHalifax@nrc-cnrc.gc.ca

Canada