Conseil national de recherches Canada | National Research Council Canada

Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

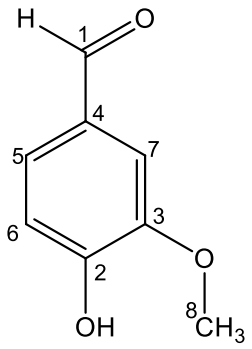
VANB-1

Matériau de référence certifié isotopique de vanilline

VANB-1 est un matériau de référence certifié (MRC) isotopique de la vanilline du Conseil national de recherches Canada (CNRC). Une unité de VANB-1 consiste en environ 0,75 g de vanilline. Ce matériau de référence certifié est destiné à être utilisé pour l'étalonnage et le contrôle de la qualité des mesures du delta isotopique du carbone total et aux positions spécifiques, traçables à l'échelle VPDB-LSVEC. Des valeurs certifiées du delta isotopique du carbone total [1] et aux positions spécifiques [2, 3] ont été établies pour VANB-1 (tableau 1). L'incertitude élargie (U_{MRC}) des valeurs certifiées est égale à $U_{MRC} = ku_c$ où u_c est l'incertitude standard combinée calculée selon le guide JCGM [4] et k est le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux ($k = 2$) a été appliqué, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %.

Tableau 1 : Quantité certifiée et incertitudes élargies (*k* = 2) pour les valeurs du delta des isotopes du carbone total et aux positions spécifiques dans VANB-1

Atome de carbone	Delta isotopique du carbone
total (a)	–25,85 ± 0,05 ‰
C_1 (b)	–20,1 ± 1,4 ‰
C_2 (b)	–29,9 ± 1,4 ‰
C_3 (b)	–32,8 ± 1,4 ‰
C_4 (b)	–24,5 ± 1,4 ‰
C_5 (b)	–23,9 ± 1,4 ‰
C_6 (b)	–26,4 ± 1,4 ‰
C_7 (b)	–18,8 ± 1,4 ‰
C_8 (b, c)	–30,8 ± 0,8 ‰



Codes

Les codes front référence à la méthode expérimentale utilisée pour déterminer le delta isotopique du carbone :

a Analyse élémentaire par spectrométrie de masse pour rapport isotopique (AE-SMRI) [1]
b Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire quantitative du carbone à 400 MHz (^{13}C-RMNq) [2]
c Chromatographie en phase gazeuse par combustion par spectrométrie de masse pour rapport isotopique (CG-C-SMRI) [3]

vanilline
Numéro CAS : 121-33-5
Clé InChI : MWOOGOJBHIARFG-UHFFFAOYSA-N

Canada

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 sont incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont la meilleure estimation de la valeur réelle et de l'incertitude.

Utilisation prévue

VANB-1 est destiné à être utilisé pour l'étalonnage et le contrôle de la qualité des mesures du delta isotopique du carbone total et aux positions spécifiques sur l'échelle VPDB-LSVEC. Une masse minimale d'échantillon de 500 µg est recommandée pour les mesures du delta isotopique du carbone total, et 250 mg pour les mesures du delta isotopique du carbone aux positions spécifiques.

Stockage et échantillonnage

Chaque unité de ce MRC est emballée dans une pochette d'aluminium trilaminée. Les unités non ouvertes de VANB-1 doivent être stockées à température ambiante dans un endroit propre, à l'abri de la lumière directe du soleil. Les unités de ce MRC doivent être ouvertes dans un endroit propre en prenant des précautions contre la contamination pendant l'échantillonnage. Il est recommandé de boucher hermétiquement les flacons ouverts et de les conserver à température ambiante dans une boîte sèche ou un dessiccateur à l'abri de la lumière directe du soleil.

Préparation du matériau

VANB-1 a été préparé à partir de vanilline pure. Ce matériau a été broyé par lots à l'aide d'un broyeur à boulets, tamisée à travers une maille d'environ 300 µm, puis culbuté pour une homogénéisation supplémentaire avant la mise en bouteille. Une seule unité de VANB-1 contient environ 0,75 g de vanilline.

Stabilité

VANB-1 s'est avéré isotopiquement stable à la température ambiante et aux températures typiques du stockage et du transport [1, 2]. Les composantes d'incertitude dues à la stabilité sont considérées comme négligeables.

Homogénéité

L'homogénéité des valeurs delta des isotopes du carbone total et aux positions spécifiques dans VANB-1 a été évaluée en analysant plusieurs unités de VANB-1. L'incertitude due à l'homogénéité a été évaluée en utilisant un modèle bayésien à effets aléatoires et a été incluse dans le bilan d'incertitude [1, 2].

Incertitude

Les incertitudes associées à la valeur delta isotopique du carbone total comprennent l'incertitude liée à la caractérisation par le CNRC et deux laboratoires externes (u_{car}) et l'incertitude liée à la variation des valeurs delta isotopiques entre les bouteilles (u_{hom}). Exprimées en tant qu'incertitudes standard, ces composantes sont u_c = 0,03 ‰, u_{car} = 0,025 ‰ et u_{hom} = 0,006 ‰ [1].

Les incertitudes associées aux valeurs du delta isotopique du carbone aux positions spécifiques comprennent l'incertitude due à la caractérisation par le CNRC et deux laboratoires externes (u_{car} = 0,30 ‰ pour C1 à C7 [2], et u_{car} = 0,08 ‰ pour C8), l'incertitude due à l'homogénéité (u_{hom} = 0,30 ‰ [2]), et l'incertitude due à l'effet de laboratoire (u_{lab} = 0,60 ‰ pour C1 à C7 [2], et u_{lab} = 0,19 ‰ pour C8).

Traçabilité métrologique

Le Comité international des poids et mesures (CIPM) a noté que les mesures du delta isotopique qui ne peuvent actuellement être tracées au Système international d'unités devraient être tracées aux matériaux reconnus comme étalons internationaux par la Commission sur les abondances isotopiques et les poids atomiques de l'Union internationale de chimie pure et appliquée [5]. Les valeurs delta des isotopes du carbone dans VANB-1 sont traçables aux matériaux de référence internationalement reconnus susmentionnés [6], et VANB-1 constitue un matériau de référence approprié pour les programmes d'assurance de la qualité des laboratoires, conformément à la norme ISO/IEC 17025.

Les valeurs delta des isotopes du carbone sont exprimées sur l'échelle VPDB-LSVEC avec une valeur de -46,6 ‰ attribuée à LSVEC et +1,95 ‰ à NBS19 [7]. La traçabilité de la valeur delta de l'isotope du carbone total à l'échelle VPDB-LSVEC a été établie à l'aide de neuf matériaux de référence internationalement reconnus [1]. Pour l'évaluation de l'incertitude, nous avons révisé les incertitudes standard pour IAEA-CH-6, USGS65, IAEA-600, NBS22 et USGS61 en ajoutant l'incertitude associée à la cohérence entre les matériaux de référence, u = 0,029 ‰ [8], à leurs incertitudes standard rapportées. De plus, les valeurs isotopiques et les incertitudes-types pour IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611 et IAEA-612 ont été converties à l'échelle VPDB-LSVEC [9]. La réévaluation de IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611 et IAEA-612 n'a pas inclus l'incertitude de cohérence supplémentaire mentionnée plus haut [8], car cette série de matières a été évaluée à l'aide de l'échelle VPDB-LSVEC [9]. Les valeurs du delta isotopiques et les incertitudes standard associées utilisées pour l'étalonnage du VANB-1 sont données dans le tableau 2 [1].

Tableau 2 : Valeurs delta des isotopes du carbone et incertitudes standard des matériaux de référence utilisés pour l'étalonnage du VANB-1

Matériel de référence	Delta isotopique du carbone
IAEA-CH-6	–10,450 ± 0,049 ‰
USGS65	–20,290 ± 0,049 ‰
IAEA-600	–27,770 ± 0,049 ‰
NBS22	–30,030 ± 0,058 ‰
USGS61	–35,050 ± 0,049 ‰
IAEA-603	+2,474 ± 0,023 ‰
IAEA-610	–9,145 ± 0,019 ‰
IAEA-611	–30,925 ± 0,021 ‰
IAEA-612	–36,878 ± 0,026 ‰

Toutes les valeurs du delta isotopique du carbone aux positions spécifiques sont traçables à l'échelle VPDB-LSVEC par biais de mesures du delta isotopique du carbone total [2]. De plus, le schéma de traçabilité de la valeur du delta isotopique du carbone aux positions spécifiques C8 inclut également USGS44 (–42,21 ± 0,05 ‰) [3].

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) (kcdb.bipm.org/default_fr), 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

Les utilisateurs doivent s'assurer que le certificat dont ils disposent est à jour. Pour les mises à jour, veuillez consulter le site doi.org/10.4224/crm.2022.vanb-1.

Références

1. Chartrand, M.M.G., Meija, J., Hélie, J.-F., Middlestead, P., Ramalingam, M., Aziz, A.A., and Mester, Z. (2022). Characterization of vanillin carbon isotope delta reference materials. *Anal. Bioanal. Chem.* 414(27): 7877-7883. doi.org/10.1007/s00216-022-04322-x

2. Le, P.M., Martineau, E., Akoka, S., Remaud, G., Chartrand, M.M.G., Meija, J., and Mester, Z. Site-Specific Carbon Isotope Measurements of Vanillin Reference Materials by Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry (2022). *Anal. Bioanal. Chem.* 414 (24): 7153-7165. doi.org/10.1007/s00216-022-04292-0

3. Greule, M., Le, P.M., Meija, J., Mester, J., Keppler, F. (2024). Comparison of carbon isotope ratio measurement of the vanillin methoxy group by GC-IRMS and ^{13}C-qNMR. *J. Am. Soc. Mass Spectrom.* 35:100-105. doi.org/10.1021/jasms.3c00327

4. JCGM (2008) Evaluation of Measurement Data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008. bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications

5. CIPM (2015) Decision 104-26: Traceability exception related to delta value isotope ratio measurements. bipm.org/en/committees/ci/cipm/outcomes

6. Brand, W.A., Coplen, T.B., Vogl, J., Rosner, M., and Prohaska, T. (2014). Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 86(3): 425-467. doi.org/10.1515/pac-2013-1023

7. Coplen, T.B., Brand, W.A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H.A.J., Toman, B., and Verkouteren, R.M. (2006). New Guidelines for δ^{13}C Measurements. *Anal. Chem.* 78(7): 2439-2441. doi.org/10.1021/ac052027c

8. Chartrand, M.M.G., Meija, J., Kumkrong, P., and Mester, Z. (2019). Three certified sugar reference materials for carbon isotope delta measurements. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 33(3): 272-280. doi.org/10.1002/rcm.8357

9. Hélie, J.-F., Adamowicz-Walczak, A., Middlestead, P., Chartrand, M.M.G., Mester, Z., and Meija, J. (2021). Discontinuity in the Realization of the Vienna Peedee Belemnite Carbon Isotope Ratio Scale. *Anal. Chem.* 93: 10740-10743. doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02458

10. Assonov, S., Groening, M., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., and Hillaire-Marcel, C. (2020). Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for $\delta^{13}C$ and $\delta^{18}O$ determination. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 34(20): e8867. doi.org/10.1002/rcm.8867

11. Assonov, S., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., Allison, C., and Gröning, M. (2021). Characterisation of new reference materials IAEA-610, IAEA-611 and IAEA-612 aimed at the VPDB $\delta^{13}C$ scale realisation with small uncertainty. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 35(7): e9014. doi.org/10.1002/rcm.9014

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant VANB-1 peut être obtenue à l'adresse suivante : doi.org/10.4224/crm.2022.vanb-1.

Auteurs

Michelle M.G. Chartrand[1], Serge Akoka[2], Juris Meija[1], Estelle Martineau[2], Gerald Remaud[2], Paul Middlestead[3], Jean-Francois Hélie[4], Markus Greule[5], Frank Keppler[5], Patricia Grinberg[1], Phuong Mai Le[1], et Zoltán Mester[1]

[1] Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa (Ontario) K1A 0R6, Canada
[2] CEISAM, Nantes Université, France
[3] Ján Veizer Stable Isotope Laboratory, University of Ottawa
[4] Geotop, Université du Québec à Montréal
[5] Institute of Earth Sciences, Heidelberg University, Germany

Remerciements

Nous tenons à remercier la contribution au projet de Lu Yang, Juan He, Leandro Mota Santos et Mitchell Bordash (CNRC).

Citation

Chartrand MMG, Akoka S, Meija J, Martineau E, Remaud G, Middlestead P, Hélie J-F, Greule M, Keppler F, Grinberg P, Le PM, et Mester Z. VANA-1: Matériau de référence certifié isotopique de vanilline. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2022. Disponible à l'adresse suivante doi.org/10.4224/crm.2022.vanb-1.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

VANB-1

Date de publication : juillet 2022
Date d'expiration : juillet 2027
Révisé : août 2024 (ajout de valeurs certifiées pour les deltas isotopiques du carbone aux positions spécifiques, mise à jour de la liste des auteurs, et modifications rédactionnelles)

Approuvée par : Patricia Grinberg

Digitally signed by Grinberg, Patricia
DN: cn=Grinberg, Patricia, c=CA, o=GC, ou=NRC-CNRC, email= patricia.grinberg@cnrc-nrc.gc.ca

Patricia Grinberg, 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

Canada