



# Certificat d'analyse

## Matériau de référence certifié

### MIGS-1

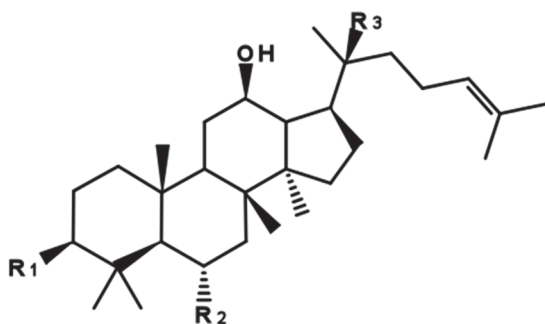
#### Matériau de référence certifié de mélange de ginsénosides

MIGS-1 est un matériau de référence certifié (MRC) sous forme de solution d'étalonnage d'un mélange de ginsénosides. Ce matériau, distribué en unités de 1 mL, est destiné à la calibration des instruments et au développement et à la validation de méthodes de quantification de différents ginsénosides. Des valeurs certifiées pour la fraction massique de différents ginsénosides dans MIGS-1 ont été établies, tel qu'indiqué dans le tableau 1.

Les valeurs certifiées du mélange de ginsénosides dans le méthanol sont basées sur des résultats établis à partir de données générées au Conseil national de recherches Canada (CNRC) par spectroscopie de résonance magnétique nucléaire quantitative du proton (RMNq-<sup>1</sup>H) avec un étalon externe. L'incertitude élargie (*U*) pour toutes les valeurs est égale à  $U = ku_c$ ,  $u_c$  étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [1] et *k* étant le facteur de couverture de 2 ( $k = 2$ , intervalle de confiance de 95 %). L'incertitude *U* pour les valeurs certifiées tient compte de tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à leurs incertitudes.

Tableau 1: Valeurs certifiées et leurs incertitudes élargies ( $k = 2$ , IC 95 %) pour MIGS-1

Composé	Numéro CAS	Formule moléculaire	Fraction massique mg/g
Rb1	41753-43-9	C <sub>54</sub> H <sub>92</sub> O <sub>23</sub>	1,249 ± 0,016
Rb2	11021-13-9	C <sub>53</sub> H <sub>90</sub> O <sub>22</sub>	0,252 ± 0,002
Rb3	68406-26-8	C <sub>53</sub> H <sub>90</sub> O <sub>22</sub>	0,023 ± 0,002
Rc	11021-14-0	C <sub>53</sub> H <sub>90</sub> O <sub>22</sub>	0,505 ± 0,005
Rd	52705-93-8	C <sub>48</sub> H <sub>82</sub> O <sub>18</sub>	0,507 ± 0,006
Re	52286-59-6	C <sub>48</sub> H <sub>82</sub> O <sub>18</sub>	0,506 ± 0,002
Rg1	22427-39-0	C <sub>42</sub> H <sub>72</sub> O <sub>14</sub>	0,258 ± 0,005



	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>
Rg1	OH	1Glc	1Glc
Re	OH	1Glc(2-1)Rha	1Glc
Rb1	1Glc(2-1)Glc	H	1Glc(6-1)Glc
Rc	1Glc(2-1)Glc	H	1Glc(6-1)Araf
Rb2	1Glc(2-1)Glc	H	1Glc(6-1)Arap
Rb3	1Glc(2-1)Glc	H	1Glc(6-1)Xyl
Rd	1Glc(2-1)Glc	H	1Glc

La nomenclature de l'IUPAC est utilisée pour nommer les monosaccharides

### 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 ont été prises en compte et incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont les meilleures estimations de la valeur réelle et de l'incertitude (tableau 1).

### Utilisation prévue

Le présent matériau de référence est principalement destiné à être utilisé pour le développement de méthodes et pour la calibration des instruments analytiques lors d'analyses quantitatives des ginsénosides.

### Entreposage

Il est recommandé de conserver le présent matériau dans un environnement réfrigéré à température contrôlée, comme un congélateur dont la température se situe approximativement à  $-20\text{ °C}$  ou moins.

### Mode d'emploi

Avant l'ouverture, chaque ampoule doit d'abord être décongelée à température ambiante et le contenu doit être bien mélangé. L'ampoule doit être ouverte à la marque pré-limée. Le méthanol est un composé hautement volatil et donc, des mesures de précaution doivent être prises pour éviter toute évaporation. Il est à noter que le volume de la solution n'est pas certifié, seule la concentration de la solution est certifiée. En conséquence, tout le contenu de l'ampoule ne peut être dilué de façon volumétrique. Une fois l'ampoule ouverte, le contenu doit être transféré dans une bouteille en verre ambré, fermée hermétiquement et gardée à la noirceur à  $-20\text{ °C}$  ou moins.

La conversion en concentration massique (masse par volume) peut être effectuée en supposant que la densité du matériau est celle du méthanol pur. Toutefois, il est à noter que la densité du méthanol varie de 0,1 % par  $^{\circ}\text{C}$  (dans l'intervalle de 10 à 30  $^{\circ}\text{C}$ ; la densité diminue lorsque la température augmente).

### Préparation du matériau

Les ginsénosides individuels ont été isolés de racines de ginseng d'Amérique du Nord de 4 ans d'âge, *Panax quinquefolius L.*, obtenu auprès de la Chai-Na-Ta Corp. (Richmond, C.-B., Canada) et cultivé au Harper Ranch (Kamloops, C.-B., Canada). La nature des racines a été confirmée de manière indépendante par Agriculture et Agroalimentaire Canada, et un spécimen de référence a été déposé à l'herbier de l'Université d'Ottawa (UO 19908). Les racines ont été traitées par la Canadian Phytopharmaceuticals Corp. (Richmond, C.-B., Canada). Après un broyage jusqu'à 80 mesh, une extraction avec de l'éthanol aqueux a été effectuée sur les racines, puis la phase d'extraction a été partiellement évaporée, mélangée avec de la maltodextrine et séchée par pulvérisation. La purification des ginsénosides obtenus à partir de l'extrait desséché par pulvérisation a été faite au CNRC à Ottawa, en utilisant une combinaison de partage liquide-liquide, de chromatographie sur colonne de silice, de plusieurs purification par HPLC préparative et, de cristallisation. Une dilution gravimétrique des solutions mères individuelles avec de méthanol a permis l'obtention de la solution d'étalonnage. La solution finale a été répartie en format de 1 mL dans des ampoules en verre ambré préalablement nettoyées et ces dernières ont été immédiatement scellées à la flamme.

## Stabilité

La stabilité de transport de MIGS-1 a été évaluée par chromatographie en phase liquide couplée à un spectrophotomètre ultraviolet-visible (CL-UV) lors d'une étude de stabilité isochrone à deux et quatre semaines afin d'observer les changements lors d'une exposition à différentes températures, soit +37, +20, +4, et -20 °C. Des échantillons de référence ont été maintenus à -80 °C. Pour chacune des températures mentionnées, aucune détérioration n'a été observée durant la période de temps et ce, pour tous les analytes. La stabilité long-terme de MIGS-1 entreposé à -80 °C pendant 5 ans a également été évaluée par CL-UV et aucune instabilité n'a été observée.

## Homogénéité

Les ginsénosides sont complètement solubles dans le méthanol aux concentrations préparées pour MIGS-1, ce matériau est donc considéré homogène.

## Incertitude

L'estimation de l'incertitude combinée ( $u_c$ ) couvre les incertitudes dues à la caractérisation du lot ( $u_{car}$ ), à la variation possible inter-unités ( $u_{hom}$ ) et à la stabilité du matériau ( $u_{stabilité}$ ). Ces composantes, exprimées sous forme d'incertitude type, sont données dans le tableau 2.

**Tableau 2: Composantes de l'incertitude des valeurs certifiées pour MIGS-1**

Composé	$U_{k=2}$ mg/g	$u_c$ mg/g	$u_{car}$ mg/g	$u_{hom}$ mg/g	$u_{stabilité}$ mg/g
Rb1	0,016	0,008	0,008	0,000	0,000
Rb2	0,002	0,001	0,001	0,000	0,000
Rb3	0,002	0,001	0,001	0,000	0,000
Rc	0,005	0,002	0,002	0,000	0,000
Rd	0,006	0,003	0,003	0,000	0,000
Re	0,002	0,001	0,001	0,000	0,000
Rg1	0,005	0,003	0,003	0,000	0,000

## Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au système international d'unités (SI) au moyen de l'étalon NIST SRM 350b acide benzoïque préparé par gravimétrie. À ce titre, MIGS-1 peut servir de matériau de référence approprié pour des programmes d'assurance de la qualité de laboratoires, comme il est décrit dans la norme ISO/IEC 17025.

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

Ce matériau 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, telles qu'indiquées dans la base de données des comparaisons clés du Bureau international des poids et mesures (BIPM) ([http://kcdb.bipm.org/default\\_fr.asp](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 Comité international des poids et mesures (CIPM). L'approbation SIM est disponible sur demande.

**Mises à jour**

Les utilisateurs devraient s'assurer d'avoir en main un certificat à jour. Tout nouveau renseignement apparaîtra sur le site : [www.nrc-cnrc.gc.ca/mrc](http://www.nrc-cnrc.gc.ca/mrc).

**Références**

[1] Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>.

**Cité par**

Une liste des publications scientifiques citant MIGS-1 peut être consultée au [doi.org/10.4224/crm.2015.migs-1](https://doi.org/10.4224/crm.2015.migs-1).

**Auteurs**

Phuong Mai Le, Cathie Fraser, Juris Meija, Jennifer Bates, Anthony Windust, Patricia Grinberg, Zoltan Mester et Jeremy Melanson.

Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa, Ontario, K1A 0R6, Canada.

**Remerciements**

La coopération de Rana Zoka est grandement reconnue.

**Citation**

Merci de citer ce document ainsi:

Le PM, Frazer C, Meija J, Bates J, Windust A, Grinberg P, Mester Z, Melanson J, MIGS-1: Matériau de référence certifié de mélange de ginsénosides, Ottawa, Conseil national de recherches Canada, 2015, [doi.org/10.4224/crm.2015.migs-1](https://doi.org/10.4224/crm.2015.migs-1).

**MIGS-1**

*Date de publication : Avril 2015*

*Date d'expiration : Décembre 2025*

*Date de révision : Janvier 2021 (date d'expiration prolongée et modifications rédactionnelles)*

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

Approuvé par:



Jeremy E. Melanson, Ph.D.  
Chef d'équipe, Métrologie chimique - Organique  
Métrologie CNRC

**Ce certificat est valide uniquement si le produit correspondant a été obtenu directement du CNRC ou de l'un de ses fournisseurs qualifiés.**

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

**Telephone:** 613-993-2359

**Fax:** 613-993-8915

**Email:** [CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca](mailto:CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca)

