Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

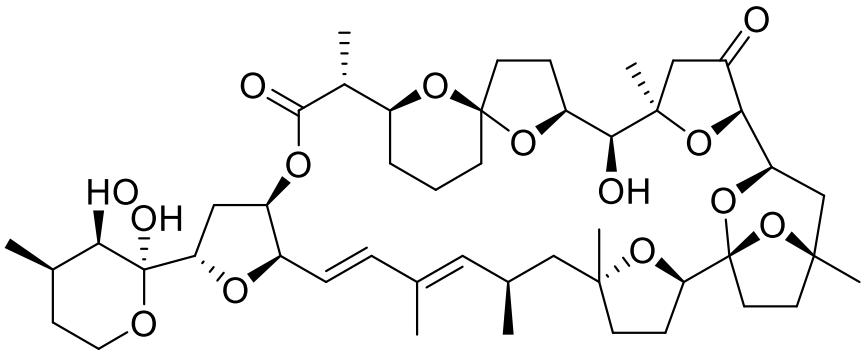
CRM-PTX2-c (lot #20260206)

Matériau de référence certifié d'une solution d'étalonnage pour la pecténotoxine-2

Les pecténotoxines (PTX) constituent un groupe de toxines polyéthérées cycliques réglementées, associées à des intoxications diarrhéiques et produites par plusieurs dinoflagellés [1,2]. Le CRM-PTX2-c est un matériau de référence certifié (MRC) d'une solution d'étalonnage de la PTX2 dans du méthanol.

Tableau 1 : Valeurs certifiées et incertitudes élargies (*k* = 2) pour le CRM-PTX2-c

Composé	Fraction massique µg/g	Concentration massique µg/mL (15-30 °C)	Concentration µmol/L (15-30 °C)
pecténotoxine-2	4,95 ± 0,27	3,90 ± 0,22	4,54 ± 0,25



pecténotoxine-2

Numéro de registre CAS : 97564-91-5
InChIKey : PTKFEDGHUVZLPL-LLUYWJARSA-N
Formule moléculaire : $C_{47}H_{70}O_{14}$
Masse molaire : 859,05 g/mol
$[M+NH_4]^+$: *m*/*z* 876,5104

Période de validité : Un an à compter de la date de vente
Conditions d'entreposage : -12 °C ou moins

DOI : 10.4224/crm.2026.ptx2-c.20260206

Utilisation prévue

Le CRM-PTX2-c est une solution d'étalonnage certifiée conçue pour la mise au point de méthodes d'analyse et le dosage précis de la PTX2. La concentration convient à la préparation d'une série de dilutions pour l'étalonnage d'instruments, comme les appareils de chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (CL-SM), ainsi que pour l'enrichissement d'échantillons témoins à des fins de mesure du taux de récupération.

Préparation du matériau

La PTX2 purifiée a été obtenue auprès du Cawthron Institute, en Nouvelle-Zélande, et son évaluation de pureté finale a été réalisée au Conseil national de recherches du Canada (CNRC). La structure et la pureté de la PTX2 ont été confirmées par RMN ^{1}H, CL-SMHR et CL-DAC [3]. Une valeur précise mesurée de *m*/*z* égale à 876,5102 (Δ = -0,17 ppm pour $C_{47}H_{74}NO_{14}^{+}$) a été obtenue pour l'ion $[M+NH_4]^+$ de la PTX2 par CL-SMHR (figure 1A). Le spectre des ions produits (figure 1B) correspond à celui des MRC de PTX2 antérieurs ainsi qu'à celui rapporté dans la littérature [4,5].

La solution mère a été préparée en dissolvant la PTX2 purifiée dans du CD_3OD à des fins d'analyse quantitative par RMN ^{1}H [6]. La solution de CRM-PTX2-c a été préparée par dilution précise de la solution mère dans du méthanol de grande pureté dégazé. Des aliquotes ont été transférées dans des ampoules propres en verre ambré remplies d'argon, qui ont été immédiatement scellées à la flamme. Chaque ampoule contient environ 0,5 mL de solution.

Caractérisation du matériau

Les valeurs certifiées pour le CRM-PTX2-c (tableau 1) sont basées sur les résultats obtenus au CNRC par RMNq 1H en utilisant l'acide benzoïque pour l'étalonnage, ainsi que par CL-SM et CL-DAC en utilisant la PTX2 pour l'étalonnage. Le CRM-PTX2-c contient de faibles concentrations de composés de structure apparentée (figure 2) et plusieurs isomères, qui représentent ensemble environ 3,6 % de la concentration totale en PTX2.

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au Système international d'unités (SI) au moyen d'étalons préparés par gravimétrie : un MRC d'acide benzoïque (NIST PS1) et un MRC de PTX2 (CRM-PTX2-b, lot #20120516 du CNRC).

Homogénéité

Un nombre représentatif d'ampoules de CRM-PTX2-c ont été sélectionnées dans la série d'ampoules préparées, puis elles ont été analysées par CL-SMHR. Aucune hétérogénéité n'a été observée.

Stabilité

Des études ont révélé une bonne stabilité de la PTX2 dans le méthanol lorsque cette solution est entreposée dans des ampoules scellées à une température de -12 °C ou moins.

Incertitude

L'incertitude élargie (U) pour toutes les valeurs est égale à $U = ku_c$, u_c étant l'incertitude type composée calculée conformément au Comité commun pour les guides en métrologie (JCGM) [7] et k étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture $k = 2$ a été appliqué, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %.

Toutes les sources raisonnables d'incertitude liées aux valeurs certifiées du tableau 1 ont été prises en compte. L'estimation de l'incertitude combinée comprend les incertitudes dues à la caractérisation du lot, à la variation possible inter-unité et à la stabilité du matériau.

Entreposage

Le matériau doit être entreposé à une température inférieure ou égale à -12 °C. L'ampoule devrait être entreposée non ouverte.

Instructions de manipulation et d'utilisation

Avant l'ouverture, chaque ampoule doit d'abord être équilibrée à la température ambiante et le contenu doit être soigneusement mélangé. L'ampoule doit être ouverte à la marque prélimée juste avant son utilisation. Un dispositif étalonné doit être utilisé pour transférer de façon précise la solution du MRC. Les valeurs certifiées ne sont garanties que si l'ampoule est échantillonnée immédiatement après l'ouverture afin de limiter l'évaporation du solvant. Il est important de noter que le volume de la solution n'est pas certifié; seules sa fraction massique et sa concentration le sont. En conséquence, tout le contenu de l'ampoule ne peut être dilué de façon volumétrique.

Après la première ouverture de l'ampoule, un sous-échantillonnage répétitif de la solution du MRC et son entreposage peuvent avoir un impact sur les valeurs certifiées. Il incombe aux utilisateurs de démontrer que leurs procédures de sous-échantillonnage et d'entreposage n'ont aucune incidence sur les valeurs certifiées.

Renseignements sur la santé et la sécurité

Seul un personnel qualifié devrait manipuler ce matériau et des méthodes d'élimination appropriées doivent être suivies. Une Fiche de données de sécurité (FDS) est disponible à l'adresse 10.4224/crm.2026.ptx2-c.20260206. Réservé à l'usage du laboratoire uniquement; non destiné à la consommation humaine, aux usages thérapeutiques, aux médicaments, aux usages domestiques ou à tout autre usage.

Période de validité

Les valeurs certifiées sont valides pendant 1 an à compter de la date de vente, pourvu que les conditions d'entreposage et les instructions de manipulation et d'utilisation précisées dans le présent certificat soient respectées.

Système de gestion de la qualité

Le CNRC est l'institut national de métrologie (INM) du Canada et est signataire de l'Arrangement de reconnaissance mutuelle du Comité international des poids et mesures (CIPM MRA). Le CIPM MRA a été développé en réponse à un besoin croissant d'un système ouvert, transparent et complet pour donner aux utilisateurs des informations quantitatives fiables sur la comparabilité des services nationaux de métrologie et de fournir la base technique des accords plus larges négociés pour les échanges internationaux, le commerce et les affaires réglementaires. Notre Système de gestion de la qualité pour les services de mesure et les matériaux de référence certifiés est conforme aux exigences des normes ISO/IEC 17025 et ISO 17034.

Références

1. Regulation (EC) No 853/2004 of the European parliament and of the council of 29 April 2004 laying down specific hygiene rules for food of animal origin. Official Journal of the European Union. 2004; L 139 of 30 April 2004. https://www.legislation.gov.uk/eur/2004/853/contents

2. Yasumoto T, Murata M, Oshima Y, Sano M, Matsumoto GK, Clardy J. Diarrhetic shellfish toxins. Tetrahedron. 1985; 41(6): 1019-1025. https://doi.org/10.1016/S0040-4020(01)96469-5

3. Wright EJ, Beach DG, McCarron P. Liquid chromatography-charged aerosol detection for characterization of natural toxin reference materials. ACS Meas Sci Au. 2026; 6(2): 535-543. https://doi.org/10.1021/acsmeasuresciau.6c00007

4. Miles CO, Wilkins AL, Munday R, Dines MH, Hawkes AD, Briggs LR, Sandvik M, Jensen DJ, Cooney JM, Holland PT, Quilliam MA, MacKenzie AL, Beuzenberg V, Towers NR. Isolation of pectenotoxin-2 from *Dinophysis acuta* and its conversion to pectenotoxin-2 seco acid, and preliminary assessment of their acute toxicities. Toxicon. 2004; 43(1): 1-9. https://doi.org/10.1016/j.toxicon.2003.10.003

5. McCarron P, Giddings SD, Crain S, Quilliam MA. NRC CRM-PTX2-b, Certified calibration solution for pectenotoxin-2. Halifax: National Research Council Canada; 2013. https://doi.org/10.4224/crm.2013.ptx2-b.20120516

6. Burton IW, Quilliam MA, Walter JA. Quantitative ^{1}H NMR with external standards: Use in preparation of calibration solutions for algal toxins and other natural products. Anal Chem. 2005; 77(10): 3123-3131. https://doi.org/10.1021/ac048385h

7. JCGM 100:2008. Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement. Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM); 2008. https://doi.org/10.59161/JCGM100-2008E

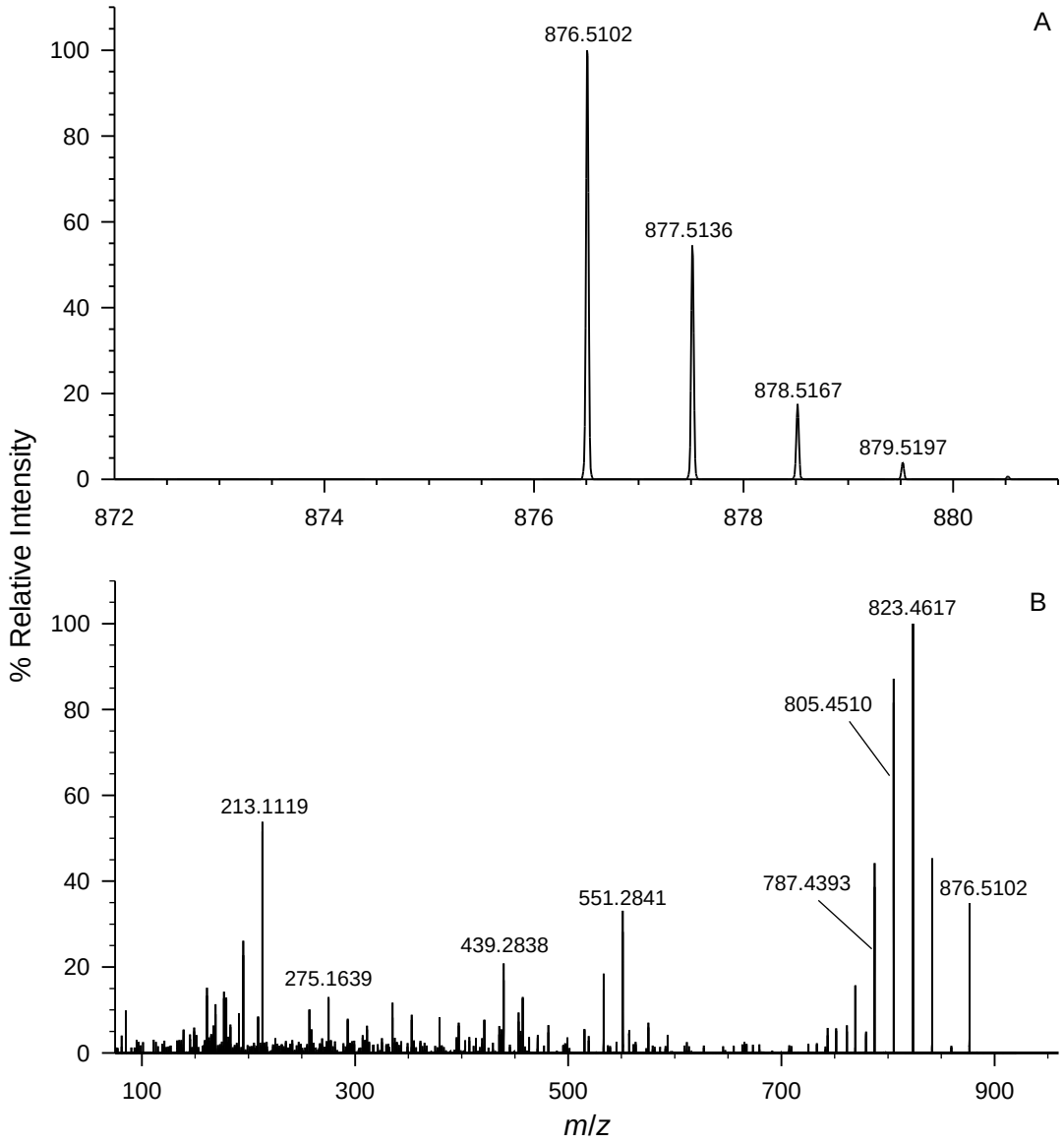


Figure 1 : Spectres de balayage complet (A) et d'ions produits (SM/SM) (B) issus de l'analyse CL-SMHR de la PTX2 ($[M+NH_4]^+$ à m/z 876,5) dans le CRM-PTX2-c, obtenus sur un instrument Thermo QExactive-HF. Les données ont été acquises avec un réglage de résolution de 60 000 en mode positif, avec une tension d'électronébulisation de 3000 V, une température du capillaire de 350 °C et une température du réchauffeur de 300 °C. Les données SM/SM ont été acquises en mode de balayage de surveillance de réactions en parallèle, en utilisant des énergies de collision par paliers normalisées de 15, 20 et 25 V.

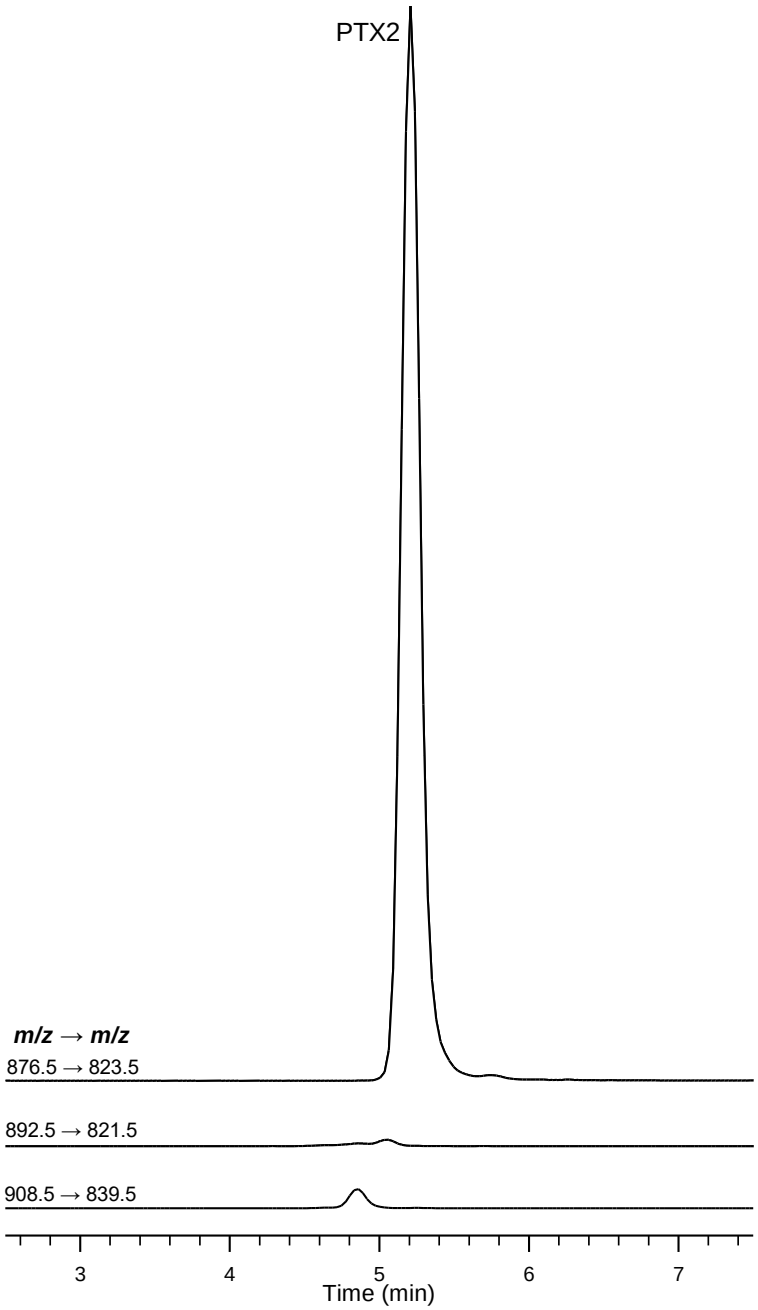


Figure 2 : Analyse par CL-SM/SM du CRM-PTX2-c : Colonne Phenomenex Synergi Max-RP de 2,5 µm (2,0 × 50 mm); acétate d'ammonium 2 mM (pH 6,8) dans de l'eau désionisée (A) et dans l'acétonitrile à 95 % (B); gradient : de 25 à 100 % de B sur 5 min, 300 µL/min à 20 °C; volume d'injection : 5 µL. Les données de SM ont été acquises en mode d'ionisation positive par électronébulisation (4,5 kV) et en mode de balayage par surveillance des réactions sélectionnées avec un potentiel de dissociation de 80 eV et des énergies de collision optimisées pour chaque transition (35 à 60 eV).

Auteurs

Sabrina D. Giddings, Elliott J. Wright, Jack R. Gillies et Pearse McCarron.

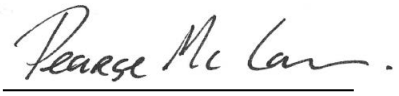
Centre de recherche en métrologie, Conseil national de recherches du Canada, 1411, rue Oxford, Halifax (Nouvelle-Écosse) B3H 3Z1, Canada

Remerciements

Les membres du personnel du CNRC suivants ont contribué à la production et à la certification du CRM-PTX2-c : Bruno Garrido, Sabrina D. Giddings, Jack R. Gillies, Patricia LeBlanc, Callie J. McAulay, Pearse McCarron, Elizabeth M. Mudge, Ruth A. Perez Calderon, Kelley L. Reeves, Elliott J. Wright et Lydia Zamlynny.

Date d'émission : octobre 2026

Version du document : 20261013

Approuvé par : 

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

Ce certificat est valide uniquement si le matériau correspondant a été obtenu directement auprès du CNRC ou d'un revendeur autorisé. Les utilisateurs doivent s'assurer que le certificat à leur disposition est à jour. Pour les mises à jour, veuillez consulter le site suivant : 10.4224/crm.2026.ptx2-c.20260206.

Veuillez adresser tout commentaire, renseignement ou demande au :

Conseil national de recherches du Canada
Centre de recherche en métrologie
1411, rue Oxford
Halifax (Nouvelle-Écosse) B3H 3Z1

Téléphone : 902-426-8281
Télécopieur : 902-426-5426
Courriel : CRM.sales-ventes.MRC@nrc-cnrc.gc.ca

Canada