

Certificat d'analyse

CMRC-NRC

Matériau de référence certifié

DOLT-5

Foie de chien de mer, matériau de référence certifié pour les métaux traces et d'autres constituants

Le tableau suivant montre les éléments pour lesquels on a établi une valeur certifiée pour ce matériau de référence.

L'incertitude élargie (U_{CRM}) de la valeur certifiée est égale à $U = ku_c$, où u_c est l'incertitude normalisée combinée, calculée selon le Guide [1] de JCGM et $k = 2$ est le facteur de couverture. L'incertitude U_{CRM} tient compte de tous les aspects qui contribuent raisonnablement à l'incertitude de la quantité mesurée. Un facteur de couverture de 2 a été utilisé pour tous les éléments. Le tableau ci-dessous contient les valeurs certifiées pour DOLT-5 exprimées pour la masse sèche.

Tableau 1 : Valeurs certifiées en DOLT-5

Élément/composé	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
arsenic (b, d)	34,6 ± 2,4	MEF-14
cadmium (a, d)	14,5 ± 0,6	MEF-16
calcium (c)	550 ± 80	MEF-17
cobalt (b, d)	0,267 ± 0,026	MEF-19
cuivre (a, c, d)	35,0 ± 2,4	MEF-20
fer (a, c, d)	1070 ± 80	MEF-21
plomb (a, d)	0,162 ± 0,032	MEF-22
magnésium (c)	940 ± 100	MEF-23
mercure (a, e)	0,44 ± 0,18	MEF-25
molybdène (a, d)	1,41 ± 0,22	MEF-27
potassium (c)	14 400 ± 3000	MEF-29
sélénium (a, d)	8,3 ± 1,8	MEF-30
argent (a, d)	2,05 ± 0,08	MEF-31
sodium (c)	9 900 ± 1600	MEF-32
strontium (a, c, d)	3,73 ± 0,26	MEF-33
étain (a, d)	0,069 ± 0,036	--
vanadium (b, d)	0,51 ± 0,06	MEF-34
zinc (a, c, d)	105,3 ± 5,4	MEF-35
arsénobétaïne (en tant qu'As) (g,h)	24,2 ± 0,8	MEF-15



Tableau 2 : Valeurs de référence en DOLT-5

Élément/composé	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
aluminium (c, d)	31,7 ± 4,2	MEF-13
nickel (a, d)	1,71 ± 0,56	MEF-28
chrome (a, d)	2,35 ± 0,58	MEF-18
méthylmercure (en Hg) (f)	0,119 ± 0,058	MEF-26
manganèse (d)	8,91 ± 0,70	MEF-24

Tableau 3 : Valeurs informatives en DOLT-5

Élément	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
antimoine (d)	0,013	--
phosphore (d)	11 500	--
thallium (d)	0,013	--
uranium (d)	0,082	--

Codes

Les codes font référence aux méthodes expérimentales utilisées pour le dosage de l'analyte.

- a Spectrométrie de masse à plasma induit à dilution isotopique (ID-ICP-MS)
- b Spectrométrie de masse à plasma induit par ajout dosé d'étalons (ICP-MS)
- c Spectrométrie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES)
- d Spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS)
- e Spectroscopie d'absorption atomique en vapeur froide (CV-AAS)
- f Chromatographie en phase gazeuse ICPMS à dilution isotopique (ID-GC-ICP-MS)
- g Chromatographie en phase liquide et ICP-MS par ajout dosé d'étalons (LC-ICP-MS)
- h Chromatographie en phase liquide avec spectrométrie de masse Orbitrap à dilution isotopique

Valeurs certifiées

Les valeurs certifiées sont considérées comme celles auxquelles le CNRC accorde la plus grande confiance sur le plan de l'exactitude et pour lesquelles toutes les sources connues et présumées d'erreur systématique ont été prises en compte et sont reflétées dans les incertitudes élargies présentées au tableau 1. Les valeurs certifiées sont la meilleure estimation de l'incertitude et de la moyenne.

Valeurs de référence

Les valeurs de référence sont des valeurs non certifiées pour lesquelles les données sont insuffisantes pour obtenir une estimation exhaustive de l'incertitude permettant leur pleine certification (tableau 2).



Valeurs informatives

Les valeurs informatives sont celles en lesquelles il n'y a pas assez de données pour fournir toute estimation de l'incertitude (tableau 3).

Utilisation prévue

Ce matériau de référence a été prévu pour être utilisé dans la calibration et le développement des méthodes d'analyse de la faune marine et des matériaux dont la matrice est analogue. Une masse minimale de l'échantillon de 250 mg est recommandée.

Entreposage et prélèvement d'échantillons

Ce matériau doit être entreposé dans un endroit frais et sombre. La bouteille doit être tournée et agitée avant son utilisation pour assurer que le contenu est bien mélangé. La bouteille doit être bien refermée par la suite. Les valeurs certifiées sont basées sur un sous-échantillon d'au moins 250 mg prélevé de la bouteille.

Directives de séchage

Bien qu'initialement exempt d'humidité suite à sa lyophilisation, le matériau a absorbé de l'humidité lors des opérations ultérieures. Le matériau devrait être asséché à une masse constante avant son utilisation. Un séchage à 105 °C pendant plusieurs heures est recommandé comme simple mesure pour obtenir une masse sèche pour la plupart des utilisations. La teneur en humidité est estimée à 0,043 g/g.

Préparation du matériau

Le foie de chien de mer congelé a été obtenu et préparé par le Guelph Food Technology Center (Guelph, ON, Canada), où il a été broyé (50 µm), mélangé, partiellement dégraissé à 40 °C, puis lyophilisé. Le foie lyophilisé a ensuite été dégraissé par POS Bio-Sciences (Saskatoon, SK, Canada) en utilisant de l'hexane afin d'obtenir une poudre à écoulement fluide. Les échantillons dégraissés ont été mis en bouteille au CNRC et stérilisés sous rayonnement avec une dose minimale de 25 kGy par le Gamma Centre of Excellence de Nordion (Laval, QC, Canada), afin de réduire au minimum tout effet d'une activité biologique.

Stabilité

Le MRC précédent, DOLT-4, a été analysé périodiquement pendant plus de 10 ans, et il a été montré qu'il était stable physiquement et chimiquement pendant toute cette période. Nous espérons des résultats similaires pour le DOLT-5. Les éléments d'incertitude liés à la stabilité à court et long terme ont été considérés négligeables et n'ont donc pas été inclus dans le bilan des incertitudes.

Homogénéité

L'homogénéité de ce matériau a été testée au CNRC. Les résultats obtenus avec des sous échantillons (250 mg) ont été évalués en suivant le modèle des effets aléatoires de DerSimonian-Laird, et inclus dans le calcul des valeurs certifiées [2].

Incertitude

Les incertitudes liées à la caractérisation du lot (U_{car}), à la variation d'une bouteille à l'autre (U_{hom}) 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 4 sous forme d'incertitudes types.

Tableau 4 : Éléments d'incertitude pour le DOLT-5

Élément/composé	u_c , mg/kg	u_{car} , mg/kg	u_{hom} , mg/kg	$u_{méthode}$, mg/kg
arsenic	1,2	0,8	0,9	0,0
cadmium	0,3	0,2	0,2	0,0
calcium	40	30	20	0
cobalt	0,013	0,009	0,010	0,000
cuivre	1,2	0,6	1,0	0,0
fer	40	20	30	0
plomb	0,016	0,007	0,014	0,000
magnésium	50	40	30	0
mercure	0,09	0,02	0,05	0,07
molybdène	0,11	0,11	0,03	0,00
potassium	1500	1400	400	0
sélénium	0,9	0,3	0,8	0,0
argent	0,04	0,03	0,03	0,00
sodium	800	700	300	0
strontium	0,13	0,09	0,09	0,00
étain	0,018	0,003	0,017	0,004
vanadium	0,03	0,02	0,02	0,00
zinc	2,7	1,9	1,9	0,0
arsénobétaine (en tant qu'As)	0,4	0,3	0,2	0,0

Tableau 4 (continué) : Éléments d'incertitude pour le DOLT-5

Élément/composé	u_c , mg/kg	u_{car} , mg/kg	u_{hom} , mg/kg	$u_{méthode}$, mg/kg
aluminium	2,1	1,0	1,8	0,0
nickel	0,28	0,12	0,25	0,00
chrome	0,29	0,15	0,25	0,00
méthylmercure (en Hg)	0,029	0,011	0,009	0,025
manganèse	0,35	0,35	0,00	0,00

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au SI au moyen d'étalons de pureté établie, préparés par gravimétrie, de matériaux de référence certifiés et de comparaisons internationales de mesures. En tant que tel, le DOLT-5 peut servir de matériau de référence pour des programmes d'assurance de la qualité de laboratoire, comme il est indiqué dans la norme ISO/IEC 17025.



Système qualité (ISO/CEI 17025, Guide ISO 34)

Ce matériel a été produit conformément au système qualité documenté de Science des mesures et étalons (SME) du Conseil national de recherches du Canada (CNRC), qui est conforme aux exigences de la norme ISO/CEI 17025 et du Guide ISO 34.

Le système qualité de SME, à l'appui des aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages du CNRC énumérées dans la base de données sur les comparaisons clés du Bureau international des poids et mesures (BIPM) (kcdb.bipm.org/default_fr.asp), a été examiné et approuvé sous l'autorité du Système interaméricain de métrologie (SIM) et jugé conforme aux attentes de l'arrangement de reconnaissance mutuelle du Comité international des poids et mesures (CIPM). Le certificat d'approbation SIM est disponible sur demande.

Mises à jour

Les utilisateurs devraient s'assurer que le certificat qu'ils possèdent est à jour. Notre site Web, www.cnrc.gc.ca/mrc, affichera tout nouveau renseignement à cet égard.

Références

1. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008
2. R. DerSimonian, N. Laird (1986) Meta-analysis in clinical trials. *Controlled Clinical Trials* 7: 177-188

Auteurs

Les membres du personnel suivants de Métrologie chimique du CNRC ont contribué à la production et à la certification du DOLT-5 : L. Yang, S. Willie, P. Grinberg, I.P. Gedara, V. Clancy, P. Maxwell, G. McRae, J. Meija et Z. Mester.



Le texte anglais est la version définitive de ce document.

DOLT-5

Date de publication : août 2014

Date d'expiration : août 2024

Révisé : janvier 2016 (modifications rédactionnelles, correction typographique pour U et TI dans le tableau 3 corrigée), mars 2016 (modifications rédactionnelles), août 2017 (AsBet ajoutée), mai 2019 (date d'expiration prolongée et modifications rédactionnelles)

Approuvé par:



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

Adresser tout commentaire, information ou requête au :

Conseil national de recherches Canada
Science des mesures et étalons
1200, chemin de Montréal, Édifice M-12
Ottawa (Ontario) K1A 0R6

Téléphone : 613-993-2359

Télécopieur : 613-993-2451

Courriel: CRM-MRCInorganic-Inorganiques@nrc-cnrc.gc.ca



Also available in English on request.

