



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

DONN-1

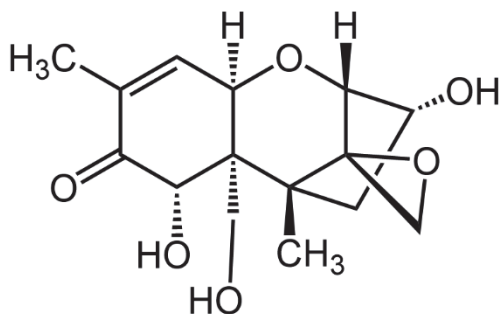
Matériau de référence certifié – solution d'étalonnage de 4-désoxynivalénol

DONN-1 est un matériau de référence certifié (MRC) sous forme de solution d'étalonnage de la mycotoxine 4-désoxynivalénol. Ce matériau, distribué en unités de 1 mL, est destiné à l'étalonnage des instruments et au développement et à la validation de méthodes de quantification de 4-désoxynivalénol. Des valeurs certifiées pour la fraction massique et la concentration massique de 4-désoxynivalénol dans DONN-1 ont été établies, tel qu'indiqué dans le tableau 1.

Les valeurs certifiées de 4-désoxynivalénol sont basées sur des résultats établis à partir de données générées au Conseil national de recherches Canada (CNRC). La spectroscopie par résonance magnétique nucléaire quantitative avec un étalon interne a été utilisée pour attribuer la valeur de 4-désoxynivalénol dans DONN-1 [1, 2]. L'incertitude élargie (U) pour toutes les valeurs est égale à $U = ku_c$, avec u_c étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [3] 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 pour DONN-1 ($k = 2$, IC 95 %)

Composé	Formule moléculaire	Fraction massique g/g	Concentration massique g/mL
4-désoxynivalénol	$C_{15}H_{20}O_6$	$56,6 \pm 1,6$	$43,8 \pm 1,5$



4-désoxynivalénol

Numéro CAS: 51481-10-8

Clé InChI: LINOMUASTDIRTM-QGRHZQQGSA-N

Formule moléculaire: $C_{15}H_{20}O_6$

Masse molaire: $296,315 \pm 0,018$ g/mol

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

Distribué en unités de 1 mL, le présent matériau de référence certifié est principalement destiné à être utilisé pour le développement de méthodes et pour la calibration des instruments analytiques lors du dosage 4-désoxynivalénol.

Entreposage

Il est recommandé de conserver le présent matériau dans un environnement réfrigéré à température contrôlée, tel qu'un congélateur dont la température se situe approximativement à -20 °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 juste avant de son utilisation. Une fois ouverte, le contenu de l'ampoule devrait être transféré dans un contenant en verre ambré, scellé hermétiquement et entreposé à l'abri de la lumière à -20 °C ou moins. La valeur certifiée pourrait varier en raison de l'évaporation du solvant. 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. Il n'est pas recommandé d'évaporer à sec la solution de DONN-1.

La concentration massique rapportée a été calculée à partir de la fraction massique en utilisant une valeur de densité de $0,773 \pm 0,008\text{ g/mL}$ ($k = 2$, intervalle de confiance de 95 %) à 21 °C . La valeur de densité a été déterminée au CNRC en utilisant la présente solution de DONN-1. Toutefois, il est à noter que la densité de l'acétonitrile varie de 0,14 % par °C (dans l'intervalle de 10 à 30 °C ; la densité diminue lorsque la température augmente).

Préparation du matériau

La solution d'étalonnage a été préparée par dissolution d'un échantillon solide de 4-désoxynivalénol dans de l'acétonitrile. Le 4-désoxynivalénol purifié a été produit au CNRC à partir de matières premières fournies par Agriculture et Agroalimentaire Canada. 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. Le processus d'embouteillage s'est déroulé dans un environnement dont l'humidité relative était contrôlée à 20 %.

Stabilité

La stabilité de transport de DONN-1 a été évaluée par chromatographie liquide avec détection UV (CL-UV) à des intervalles d'une, deux, quatre et huit semaines en utilisant une approche isochrone à des températures de $+60$, $+40$, $+20$, $+4$, et -20 °C en référence aux échantillons maintenus à -40 °C . Aucune dégradation n'a été observée sur une période de quatre semaines à des températures allant jusqu'à $+40\text{ °C}$. Par conséquent, l'incertitude associée à la stabilité de transport est négligeable et se voit attribuer une valeur de 0 µg/g .

La stabilité à long terme de DONN-1 a été estimée en utilisant un modèle cinétique de pseudo-premier ordre basé sur l'équation d'Arrhenius. Les données de l'étude isochrones à +60, +40, +20 et +4 °C à une, deux, quatre et huit semaines ont été analysées avec l'équation d'Arrhenius et une prédiction de la dégradation potentielle de DONN-1 sur deux ans à -20 °C a été obtenue. À partir de ces calculs, la meilleure estimation de la composante d'incertitude due à la stabilité à long terme a été établie à 0,6 µg/g. Il est important de noter qu'il s'agit d'une estimation conservatrice et qu'elle ne reflète aucune tendance à l'instabilité pour DONN-1.

Homogénéité

De prime abord, DONN-1 est présumé homogène puisqu'il s'agit d'une solution pure. Néanmoins, l'homogénéité du matériau a tout de même été analysée au CNRC par CL-UV en utilisant l'équivalent de 1 % du nombre total des ampoules produites choisies aléatoirement. Les résultats des sous-échantillons ont été évalués par le modèle d'analyse de variance (ANOVA) pour les effets aléatoires [4]. Aucune hétérogénéité n'a été observée et donc, une valeur de zéro est assignée à u_{hom} .

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 ($u_{\text{stabilité}}$). Ces composantes, exprimées sous forme d'incertitude type, sont données dans le tableau 2.

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

Composé	$U_{k=2}$ µg/g	u_c µg/g	u_{car} µg/g	u_{hom} µg/g	$u_{\text{stabilité}}$ µg/g
4-désoxynivalénol	1,6	0,8	0,5	0,0	0,6

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au système international d'unités (SI) au moyen de l'étalon NIST PS1 acide benzoïque préparé par gravimétrie. Ce dernier a été utilisé pour attribuer la pureté du diméthyl téréphtalate, qui a ensuite été utilisé comme étalon interne pour la RMNq-¹H et la RMNq-¹³C¹H. À ce titre, DONN-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), 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.

Références

- [1] Bahadoor A, Watt S, Rajotte, I. Bates, J. Tautomerization and Isomerization in qNMR: A Case Study with 4-deoxynivalenol (DON). *J Agric Food Chem.* (2022), 70 (8): 2733-2740. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.1c08053>
- [2] Bahadoor A, Brinkmann A, Melanson JE. ¹³C-Satellite Decoupling Strategies for Improving Accuracy in Quantitative Nuclear Magnetic Resonance. *Anal Chem.* (2021), 93: 851-858. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.0c03428>
- [3] Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>
- [4] van der Veen AMH. Bayesian analysis of homogeneity studies in the production of reference materials. *Accred Qual Assur.* (2017), 22 (6): 307-19. <https://doi.org/10.1007/s00769-017-1292-6>

Cité par

Une liste des publications scientifiques citant DONN-1 peut être consultée au doi.org/10.4224/crm.2021.donn-1.

Auteurs

Adilah Bahadoor, Isabelle Rajotte, Jennifer Bates, Sarah Watt, Juris Meija, and Jeremy Melanson.
Conseil National de Recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa, Ontario, K1A 0R6, Canada.

Remerciements

Nous remercions les membres du personnel du CNRC Joshua Marleau-Gillette, Douglas MacKenzie, et Marilyn Azichoba pour leur contribution. Les auteurs tiennent également à remercier la Dre Barbara Blackwell d'Agriculture et Agroalimentaire Canada pour avoir fourni la matière première pour ce MRC.

Citation

Merci de citer ce document ainsi:

Bahadoor A, Rajotte I, Bates J, Watt S, Meija J, Melanson JE, DONN-1: 4-Deoxynivalenol calibration solution certified reference material, Ottawa, National Research Council Canada, 2022, doi.org/10.4224/crm.2021.donn-1.

DONN-1

Date de publication: Juillet 2022

Date d'expiration: Juillet 2024

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

