



# Certificat d'analyse

## Matériau de référence certifié

---

### MYCO-1

#### Matériau de référence certifié de farine de seigle contaminé aux mycotoxines

MYCO-1 est un matériau de référence certifié (MRC) de farine de seigle naturellement contaminée par des mycotoxines. Ce matériau est principalement destiné au développement et à la validation de méthodes et au contrôle de la qualité pour l'analyse de 4-désoxynivalénol (DON), d'ochratoxine A (OTA) et de zéaralénone (ZEA) dans la farine ou dans des matrices similaires. Des valeurs certifiées pour la fraction massique 4-désoxynivalénol, d'ochratoxine A et de zéaralénone dans MYCO-1 ont été établies, tel qu'indiqué dans le tableau 1. Ces valeurs sont présentées dans les tableaux suivants. Une valeur informative pour la teneur en eau dans MYCO-1 est fournie dans le tableau 2. Une unité de MYCO-1 contient 100 g de farine contaminée.

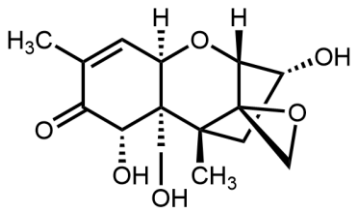
Les valeurs certifiées indiquent la fraction massique de différentes mycotoxines dans MYCO-1 tel que fourni et sont basées sur des résultats établis à partir de données générées au Conseil national de recherches Canada (CNRC). Les valeurs ont été obtenues via une dilution isotopique par chromatographie liquide couplée à un spectromètre de masse (ID-LC-MS) en utilisant les matériaux de référence certifiés du CNRC, soit DONN-1, OTAN-1 et ZERA-1 comme étalons primaires [1]. 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 [2] et  $k$  étant le facteur de couverture de deux ( $k = 2$ , intervalle de confiance de 95 %, IC). 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 MYCO-1**

Composé	Formule moléculaire	Fraction massique $\mu\text{g}/\text{kg}$
4-désoxynivalénol (a, b)	$\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_6$	$1280 \pm 70$
ochratoxine A (a, b)	$\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_6$	$4,05 \pm 0,84$
zéaralénone (a, b)	$\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_5$	$43 \pm 12$

**Tableau 2 : Valeur informative pour MYCO-1**

Composé	Formule moléculaire	Fraction massique $\text{g}/\text{kg}$
eau (c)	$\text{H}_2\text{O}$	130



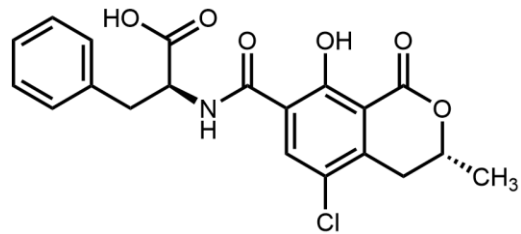
### 4-désoxynivalénol

Numéro CAS : 51481-10-8

InChI Key : LINOMUASTDIRTM-QGRHZQQGSA-N

Formule moléculaire : C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>

Masse molaire : 296,319 ± 0,016 g/mol



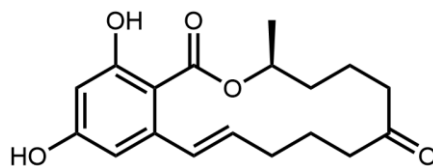
### ochratoxine A

Numéro CAS : 303-47-9

InChI Key : RWQKHEORZBHNRI-BMIGLBTASA-N

Formule moléculaire : C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>ClNO<sub>6</sub>

Masse molaire : 403,814 ± 0,024 g/mol



### zéaralénone

Numéro CAS : 17924-92-4

InChI Key : MBMQEIFVQACCCH-QBODLPLBSA-N

Formule moléculaire : C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>O<sub>5</sub>

Masse molaire : 318,367 ± 0,020 g/mol

## Codes

Les codes font référence à la méthode expérimentale utilisée pour déterminer les valeurs :

- a Chromatographie en phase liquide couplée à un spectromètre de masse en tandem par dilution isotopique (ID-LC-MS/MS)
- b Chromatographie en phase liquide couplée à un spectromètre de masse de haute résolution par dilution isotopique (ID-LC-HRMS)
- c Titration par Karl Fischer (KF)

## 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).

## Valeurs informatives

Les valeurs informatives sont celles pour lesquelles il n'y a pas suffisamment de données disponibles pour fournir une estimation de l'incertitude (tableau 2).

## Utilisation prévue

Distribué en unité de 100 g, le présent matériau de référence certifié est principalement destiné à être utilisé pour le développement de méthodes, la validation de méthodes ou comme contrôle de la qualité pour l'analyse de mycotoxines dans la farine.

## 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 bouteille doit d'abord être décongelée à température ambiante et le contenu doit être bien mélangé. Après l'utilisation, les bouteilles doivent être refermées hermétiquement et retournées immédiatement au congélateur. L'utilisation répétée d'une même bouteille est permise, mais la contamination de la bouteille doit être évitée pendant les différents prélèvements. Un échantillon minimal de 5 g est recommandé.

## Préparation du matériau

Le matériau a été préparé au CNRC en mélangeant de la farine de seigle commerciale provenant d'un vendeur local et de la farine hautement contaminée aux mycotoxines générée au CNRC. Pour ce faire, des cultures fongiques produisant des mycotoxines ont été identifiées puis incubées sur des grains de blés stériles par fermentation à l'état solide. Les grains ont ensuite été passés à l'autoclave, lyophilisés, broyés, mélangés et tamisés afin de générer une source de farine hautement contaminée. Puis, en plusieurs étapes, de petites quantités de farine contaminée ont été mélangées avec la farine de seigle commerciale. Finalement, le matériau a été embouteillé en format de 100 g dans un environnement dont l'humidité relative était contrôlée à 40 %. Il est à noter que MYCO-1 contient plusieurs autres mycotoxines telles que la toxine T-2, le néosolanol, le 4-déoxynivalénol-3-glucoside et les alcaloïdes de l'ergot.

## Stabilité

La stabilité de cycle de congélation-décongélation (C/D), de transport et d'entreposage des mycotoxines dans MYCO-1 ont été évaluées au CNRC via la technique de ID-LC-MS/MS. La stabilité de cycle de C/D a été évaluée sur dix (ochratoxine A) ou vingt (4-déoxynivalénol et zéaralénone) cycles de C/D en passant de  $-20$  à  $+20\text{ °C}$ . Les résultats ont été évalués en fonction du nombre de cycle de C/D en utilisant la méthode des moindres carrés ordinaires. Les résultats n'indiquent aucune tendance d'instabilité significative pour les trois mycotoxines présentées. Par conséquent, l'incertitude due à la stabilité de cycle de C/D est considérée négligeable et donc nulle.

La stabilité de transport a été effectuée en utilisant une approche isochrone. Des bouteilles de MYCO-1 ont été entreposées à des températures allant de  $-20$  à  $+60\text{ °C}$  sur une période allant jusqu'à six mois. Les résultats ont ensuite été analysés par comparaison avec les échantillons maintenus à la température de référence de  $-80\text{ °C}$ . Aucune dégradation significative n'a été observée pour l'ochratoxine A et le

4-désoxynivalénol dans MYCO-1, par conséquent, l'incertitude due à la stabilité de transport est considérée négligeable et donc nulle pour ces deux mycotoxines. Par ailleurs, une dégradation a été observée lors de températures élevées pour la zéaralénone dans MYCO-1. Par conséquent, l'incertitude de la stabilité comprend une estimation de l'instabilité de transport à +40 °C pendant une semaine pour représenter de potentiels délais d'expédition importants.

La stabilité à long terme a été évaluée après soixante-sept mois à –20 °C pour l'ochratoxine A et après douze mois à +4 et –20 °C pour le 4-désoxynivalénol et la zéaralénone. Aucune différence significative n'a été observée par rapport à la fraction massique mesurée durant cette période de temps. Par conséquent, l'incertitude due à la stabilité à long terme des mycotoxines dans MYCO-1 est considérée négligeable et donc nulle.

### Homogénéité

L'homogénéité du matériau a été analysée par ID–LC–HRMS au CNRC. Les résultats de sous-échantillons (5 g) provenant de différentes bouteilles sélectionnées aléatoirement ont été évalués par Bayésien d'analyse de variance bidirectionnelle (ANOVA) [3] afin de déterminer les composantes d'inhomogénéité inter-unités et intra-unité. Ces incertitudes ont été combinées afin d'attribuer une composante d'incertitude associée.

### Incertitude

L'estimation de l'incertitude combinée ( $u_c$ ) couvre les incertitudes dues à la caractérisation du lot et aux différences entre les résultats obtenus par ID–LC–MS/MS et ID–LC–HRMS ( $u_{car}$ ), à la variation possible inter-unités et intra-unité ( $u_{hom}$ ) et à la stabilité du matériau ( $u_{stabilité}$ ). Ces composantes, exprimées sous forme d'incertitude type, sont données dans le tableau 3.

**Tableau 3 : Composantes de l'incertitude des valeurs certifiées pour MYCO-1**

Composé	$u_{k=2}$ µg/kg	$u_c$ µg/kg	$u_{car}$ µg/kg	$u_{hom}$ µg/kg	$u_{stabilité}$ µg/kg
4-désoxynivalénol	70	35	33	11	0
ochratoxine A	0,84	0,42	0,09	0,41	0,00
zéaralénone	12	6	0,8	4,8	2,8

### Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au système international d'unités (SI) au moyen de matériaux de référence certifiés du CNRC préparés par gravimétrie, soit DONN-1 (4-désoxynivalénol), OTAN-1 (ochratoxine A) et ZERA-1 (zéaralénone) qui ont été utilisés comme étalons primaires de calibration pour la méthode ID–LC–MS. À ce titre, MYCO-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 l'équipe 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. Pour les mises à jour, veuillez-vous référer au site : [doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1](https://doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1).

### Références

- [1] Bates J, Bahadoor A, Cui Y, Meija J, Windust A, Melanson JE. Certification of Ochratoxin A Reference Materials: Calibration Solutions OTAN-1 and OTAL-1 and a Mycotoxin-Contaminated Rye Flour MYCO-1. J AOAC Int (2019), 102 (6): 1756-1766. <https://doi.org/10.1093/jaoac/102.6.1756>
- [2] Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>
- [3] 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 de publications scientifiques citant MYCO-1 peut être consultée au: [doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1](https://doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1).

### Auteurs

Jennifer Bates, Anthony Windust, Patricia Grinberg, Zoltán Mester, Juris Meija et Jeremy Melanson.

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

### Remerciements

Nous remercions la Dre Sheryl Tittlemier de la Commission canadienne des grains (Winnipeg, MB, Canada) pour ses précieuses discussions.

Nous remercions également les membres du personnel du CNRC Adilah Bahadoor, Phuong Mai Le, Donald M. Leek, Garnet McRae, Kenny Nadeau, Bradley Stocks et Marie-Pier Thibeault pour leur contribution.

### Citation

Merci de citer ce document ainsi:

Bates J, Windust A, Grinberg P, Mester Z, Meija J, Melanson JE, MYCO-1 : Matériau de référence certifié de farine de seigle contaminée aux mycotoxines, Ottawa, Conseil national de recherches Canada, 2018, [doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1](https://doi.org/10.4224/crm.2018.myco-1).

**MYCO-1**

*Date de publication : Mars 2018*

*Date d'expiration : Mars 2028*

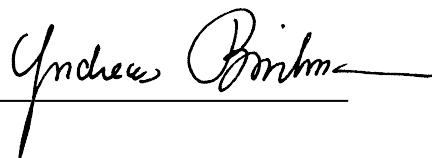
*Date de révision : Juillet 2020 (Stabilité, tableaux 1 et 3 mis à jour, modifications rédactionnelles)*

*Date de révision : Août 2022 (date d'expiration prolongée et modifications rédactionnelles)*

*Date de révision : Août 2023 (mise à jour des valeurs certifiées incluant l'addition des valeurs de 4-désoxynivalénol et de zéaralénone (Tableau 1 et 3), mise à jour de la valeur informative (Tableau 2), modifications rédactionnelles)*

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

Approuvé par:



Andreas Brinkmann, 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, Local 1029  
Ottawa, Ontario K1A 0R6

**Téléphone** : 613-993-2359  
**Télécopieur** : 613-993-8915  
**Courriel** : [CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca](mailto:CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca)

