



# Certificat d'analyse

## Matériau de référence certifié

### OTAN-1

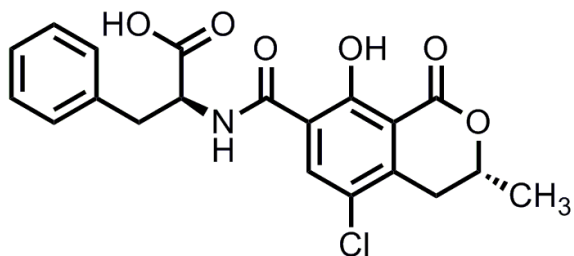
#### Matériau de référence certifié – solution d'étalonnage d'ochratoxine A

OTAN-1 est un matériau de référence certifié (MRC) sous forme de solution d'étalonnage de la mycotoxine ochratoxine A, dans l'acétonitrile. 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 l'ochratoxine A. Des valeurs certifiées pour la fraction massique et la concentration massique de l'ochratoxine A dans OTAN-1 ont été établies, tel qu'indiqué dans le tableau 1. Les valeurs informatives pour la fraction massique et la concentration massique d'une impureté mineure, l'ochratoxine B, dans OTAN-1 sont fournies dans le tableau 2.

Les valeurs certifiées d'ochratoxine A dans une solution d'acétonitrile acidifiée avec 0,1% d'acide formique 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 [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 %). L'incertitude *U* pour les valeurs certifiées tient compte de tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à leurs incertitudes.

Tableau 1 : Valeurs certifiées et les incertitudes élargies ( $k = 2$ , CI 95%) pour OTAN-1

Composé	Formule moléculaire	Fraction massique µg/g	Concentration massique µg/mL
ochratoxine A	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> ClNO <sub>6</sub>	11,03 ± 0,32	8,53 ± 0,26



#### 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

**Tableau 2 : Valeurs informatives pour OTAN-1**

Composé	Numéro CAS	Formule moléculaire	Fraction massique µg/g	Concentration massique µg/mL
ochratoxine B	4825-86-9	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> NO <sub>6</sub>	0,062	0,048

### 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 unités de 1 mL, le présent matériau de référence certifié est principalement destiné à être utilisé pour le développement de méthodes et pour l'étalonnage des instruments analytiques lors du dosage de l'ochratoxine A.

### 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 °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 immédiatement avant l'utilisation. Comme l'ochratoxine A est sensible à la lumière, il faut éviter d'exposer OTAN-1 aux sources lumineuses. Une fois ouverte, le contenu de l'ampoule devrait être transféré dans un contenant en verre ambré, sellé 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 est recommandé de ne pas évaporer à sec la solution d'OTAN-1, d'ajouter 0,1% d'acide formique au solvant utilisé lors de dilutions et d'utiliser de la verrerie silanisée afin de réduire le risque d'adhésion de l'ochratoxine A sur la surface de verre.

La valeur de la concentration massique rapportée a été calculée à partir de la valeur de la fraction massique en utilisant une valeur de densité de  $0,773 \pm 0,008$  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 d'OTAN-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

L'ochratoxine A a été acquise auprès d'un fournisseur commercial et utilisée telle quelle pour la préparation de la solution d'étalonnage. Afin d'effectuer une analyse par RMNq-<sup>1</sup>H, l'ochratoxine A a été dissoute dans une solution de CD<sub>3</sub>CN acidifiée avec 0,1% de DCOOH. Une dilution gravimétrique des solutions précédentes avec de l'acétonitrile acidifiée avec 0,1 % d'acide formique 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. Le processus d'embouteillage s'est déroulé dans un environnement dont l'humidité relative était contrôlée à 40 %.

## Stabilité

La stabilité de transport d'OTAN-1 a été évaluée par chromatographie en phase liquide couplée à un détecteur ultra-violet (CL-UV) lors d'une étude de stabilité isochrone à une, deux et quatre semaines afin de simuler une exposition à différentes températures, soit +37, +20, +4, et -20 °C. Des échantillons de référence ont été maintenus à -80 °C. Aucune détérioration n'a été observée durant cette période de temps pour chacune des températures mentionnées. La stabilité à long terme d'OTAN-1 à -20 et -40 °C pendant quatre ans et demi a été évaluée par CL-UV et comparée à la concentration initiale attribuée. Aucune différence significative n'a été observée par rapport à la fraction massique mesurée durant cette période de temps. Par conséquent, les résultats de stabilité à long terme et de stabilité de transport ne démontrent aucune tendance d'instabilité. Cependant, une étude de stabilité isochrone accélérée a également été réalisée par CL-UV à des températures de +50 et +70 °C à des intervalles de temps de deux, quatre, six et huit semaines. Ces échantillons ont été comparés à ceux entreposés dans des conditions de référence de -40 °C et une courbe a été obtenue à partir des résultats afin de déterminer les différents taux de dégradation selon les deux températures. En utilisant le modèle d'Arrhenius, une incertitude due à la stabilité de transport d'OTAN-1 a été estimée pour une période de deux mois à +40 °C et une incertitude due à la stabilité à long terme a été estimée pour une période de quatre ans à +4 °C. Ces deux incertitudes ont été combinées afin d'attribuer une composante d'incertitude associée. Cette estimation ne reflète pas une tendance d'incertitude observée pour le matériau mais bien une estimation précautionneuse de l'instabilité possible.

## Homogénéité

De prime abord, OTAN-1 est présumé homogène puisque c'est une solution pure. Néanmoins, l'homogénéité du matériau a tout de même été analysée au CNRC par CL-UV. Les résultats de sous-échantillons ont été évalués par le modèle d'effets aléatoires de DerSimonian-Laird (DSL) [3]. La variance de dispersion (incertitude obscure) a été utilisée comme mesure d'inhomogénéité et l'intervalle de confiance à 95 % a démontré l'absence d'hétérogénéité inter-unités et donc, le matériau est 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 3.

**Tableau 3 : Composantes de l'incertitude de la valeur certifiée pour OTAN-1**

Composé	$U_{k=2}$ µg/g	$U_c$ µg/g	$U_{char}$ µg/g	$U_{hom}$ µg/g	$U_{stability}$ µg/g
ochratoxine A	0,32	0,16	0,15	0,00	0,04

**Traçabilité métrologique**

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au système international d'unités (SI) au moyen d'étalons acide benzoïque (NIST, SRM 350b) préparés par gravimétrie utilisé comme étalon externe pour la RMNq-<sup>1</sup>H. À ce titre, OTAN-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] 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] DerSimonian R, Laird N. Meta-analysis in clinical trials. Control Clin Trials (1986), 7: 177-188. [https://doi.org/10.1016/0197-2456\(86\)90046-2](https://doi.org/10.1016/0197-2456(86)90046-2)

**Cité par**

Une liste de publications scientifiques citant OTAN-1 peut être consultée au: [doi.org/10.4224/crm.2018.otan-1](https://doi.org/10.4224/crm.2018.otan-1).

**Auteurs**

Jennifer Bates, Adilah Bahadoor, Anthony Windust, Phuong Mai Le, Donald Leek, Patricia Grinberg, Zoltán Mester, Juris Meija et 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 Garnet McRae, Bradley Stocks et Marie-Pier Thibeault pour leur contribution.

### Citation

Merci de citer ce document ainsi:

Bates J, Bahadoor A, Windust A, Le PM, Leek D, Grinberg P, Mester Z, Meija J, Melanson JE, OTAN-1 : Matériau de référence certifié – solution d'étalonnage d'ochratoxine A, Ottawa, Conseil national de recherches Canada, 2018, [doi.org/10.4224/crm.2018.otan-1](https://doi.org/10.4224/crm.2018.otan-1).

### OTAN-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 : Novembre 2022 (date d'expiration prolongée et 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, 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)

