



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

FRUT-1

Matériau de référence certifié isotopique du fructose

Le FRUT-1 est un matériau de référence certifiés (MRC) de fructose CRM dont le delta isotopique du carbone est certifié. Le FRUT-1 fait partie d'une série de MRC isotopiques du Conseil national de recherches du Canada (CNRC), basée sur le sucre. Chaque unité de FRUT-1 contient environ 1 g de fructose. En conjonction avec le BEET-1 et le GALT-1, ce MRC est conçu pour l'étalonnage de procédures et le développement de méthodes pour la standardisation, par rapport à l'échelle VPDB (Vienna Pee Dee Belemnite), de mesures du delta isotopique du carbone de matériaux à base de sucre ou de matériaux contenant du carbone.

Le tableau suivant indique la valeur certifiée du delta isotopique du carbone pour lequel la valeur certifiée a été établies pour ce MRC isotopique du fructose. L'incertitude élargie (U_{MRC}) de la valeur certifiée est égale à $U_{MRC} = k u_c$, u_c étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [1] et k étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été appliqué. L'incertitude U_{MRC} tient compte de tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la valeur certifiée. La valeur certifiée du delta isotopique du carbone et son incertitude élargie sont exprimées sur l'échelle VPDB avec une valeur de $-46,6 \text{ ‰}$ attribuée au LSVEC et $+1,95 \text{ ‰}$ au NBS19 [2].

Tableau 1 : Valeurs certifiées et incertitude pour le FRUT-1

Matériau	Delta isotopique, $\delta_{VPDB}(^{13}\text{C})$, ‰	Incertitude standard combinée, ‰	Incertitude étendue combinée, ‰
FRUT-1	-10,95	0,03	0,06

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.

La valeur certifiée du delta isotopique du carbone du FRUT-1 a été déterminée en combinant l'analyse élémentaire par spectrométrie de masse pour rapport isotopique (AE-SMRI) avec les résultats de mesures de sept laboratoires experts, dont le CNRC, et en utilisant un modèle statistique des effets de laboratoire aléatoires.

Utilisation prévue

Le présent matériau de référence certifié est principalement conçu pour une utilisation avec au moins un autre matériau de référence certifié [3], de préférence en tant qu'ensemble de trois avec le BEET-1 [4] et le GALT-1 [5], à des fins de normalisation, par rapport à l'échelle VPDB, de mesures du delta isotopique du carbone de matériaux à base de sucre ou d'autres matériaux contenant du carbone. Il est recommandé d'utiliser un échantillon d'une masse minimale de 550 µg.

Stockage et échantillonnage

Les ampoules non ouvertes de FRUT-1 peuvent être conservées à la température ambiante dans un endroit adéquat à l'abri de la lumière directe du soleil. Une fois une ampoule ouverte, il est recommandé de transférer immédiatement tout son contenu dans un flacon sec avec fermeture hermétique. Quand il n'est pas utilisé, le flacon doit être conservé à température ambiante dans un contenant sec ou un dessiccateur, à l'abri de la lumière directe du soleil.

Préparation du matériau

Le FRUT-1 a été préparé à partir d'un lot de D-fructose. Le fructose a été tamisé par petites aliquotes au moyen de deux tamis de 0,3 et 0,4 mm. Tout le fructose de grosseur comprise entre 0,3 et 0,4 mm a été recueilli dans 6 bouteilles en matière plastique préremplies d'argon, bouchées, puis mises dans un congélateur à -80 °C pendant deux heures. Les bouteilles débouchées de fructose ont ensuite été placées dans un lyophilisateur, à -50 °C sous vide pendant deux jours. Le fructose lyophilisé a été entreposé dans un dessiccateur jusqu'à son conditionnement. Avant son conditionnement, chacune des bouteilles en matière plastique a été agitée à des fins de meilleure homogénéisation. Une unité de FRUT-1 comprend une ampoule scellée contenant de l'argon contenant environ 1 g de fructose [6].

Stabilité

FRUT-1 est isotopiquement stable lorsqu'il est stocké dans les conditions recommandées et aux températures de transport habituelles. Le transport et la stabilité à long terme ont été évalués au CNRC au moyen d'analyses par AE-SMRI. La stabilité pendant le transport a été évaluée en utilisant une approche isochrone, sur une période de deux semaines, en utilisant des ampoules non ouvertes à des températures allant de -20 °C à $+37$ °C. La stabilité à long terme a été évaluée à température ambiante pendant une période de 5 ans.

Homogénéité

L'homogénéité des valeurs delta des isotopes du carbone dans FRUT-1 a été évaluée en analysant 31 unités de FRUT-1. Les résultats ont été évalués en utilisant un modèle d'effets aléatoires bayésien et inclus dans le calcul de la valeur certifiée.

Incertitude

L'estimation de l'incertitude combinée (u_c) comprend les incertitudes dues à la caractérisation par le CNRC et six laboratoires externes (u_{car}), et l'incertitude due à la variation d'une ampoule à l'autre (u_{hom}). Ces composantes, exprimées sous forme d'incertitude type, sont données dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Éléments d'incertitude pour le FRUT-1

Matériau	u_c , ‰	u_{car} , ‰	u_{hom} , ‰
FRUT-1	0,03	0,021	0,020

L'incertitude due à la caractérisation (u_{car}) comprend l'incertitude due à la mesure des échantillons de sucre et aux matériaux de référence internationaux, l'incertitude due à la variation possible d'un laboratoire à l'autre et l'incertitude assignée aux valeurs des matériaux de référence internationaux.

Traçabilité métrologique

The Comité international des poids et mesures a noté que les mesures de delta isotopique qui ne peuvent pas présentement être traçables au Système international d'unités (SI) devraient être traçables à des matériaux reconnus comme étalons internationaux par la Commission de l'UICPA sur les abondances isotopiques et les masses atomiques [7]. Étant donné que les mesures utilisées pour déterminer la valeur certifiée du delta isotopique du carbone du fructose sont traçables à des étalons internationaux reconnus [3], le FRUT-1 sert de matériau de référence convenant à des programmes d'assurance de la qualité de laboratoire, tel que souligné dans le document ISO/IEC 17025.

La traçabilité des valeurs delta des isotopes du carbone dans le FRUT-1 a été établie à l'aide de matériaux de référence internationalement reconnus. Les incertitudes standard pour IAEA-CH-6 [8], USGS62 [9], et USGS40 [10] ont été révisées pour incorporer l'incertitude associée à la cohérence entre les matériaux de référence ($u = 0.029$ ‰) [6], ce qui donne les valeurs suivantes :

IAEA-CH-6 : $-10,450(49)$ ‰ USGS62 : $-14,790(49)$ ‰ USGS40 : $-26,390(49)$ ‰

De plus, IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611, et IAEA-612 ont été utilisées comme calibrateurs. Cependant les valeurs delta isotopiques de ces matériaux sont certifiées par rapport au VPDB sans référence au LSVEC [11,12]. Par conséquent, ces valeurs doivent être converties à l'échelle VPDB telle que définie par NBS19 et LSVEC [13, 14]. Ainsi, les valeurs delta isotopiques suivantes ont été utilisées pour ces matériaux de référence :

IAEA-603 : $+2,474(23)$ ‰ IAEA-610 : $-9,145(19)$ ‰
 IAEA-611 : $-30,925(21)$ ‰ IAEA-612 : $-36,878(26)$ ‰

La réévaluation d'IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611, et IAEA-612 n'a pas inclus l'incertitude supplémentaire susmentionnée due au manque de cohérence [6], car cette série de matériaux a été étalonnée indépendamment des autres matériaux de référence reconnus au niveau international.

Système de gestion de la qualité (ISO 17034, ISO/IEC 17025)

Ce matériel 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, tel qu'il est indiqué dans la base de données des 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 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 que le certificat en leur possession est à jour. Pour les mises à jour, veuillez consulter le site doi.org/10.4224/crm.2018.frut-1

Références

1. JCGM 100:2008. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement. https://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf
2. Wieser, M.E. (2006) Atomic weights of the elements 2005 (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 78(11): 2051-2066. doi.org/10.1351/pac200678112051
3. Brand, W. A., Coplen, T. B., Vogl, J., Rosner, M., and Prohaska, T. (2014). Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 86(3): 425-467. doi.org/10.1515/pac-2013-1023
4. Chartrand, M.M.G., Meija, J., Hélie, J.-F., Adamowicz-Walczak, A., Middlestead, P., Grinberg, P., Kumkrong, P., Mester, Z. BEET-1: Isotopic Certified Reference Material of beet sugar. Ottawa: National Research Council Canada; 2018. doi.org/10.4224/crm.2018.beet-1
5. Chartrand, M.M.G., Meija, J., Hélie, J.-F., Adamowicz-Walczak, A., Middlestead, P., Grinberg, P., Kumkrong, P., Mester, Z. GALT-1: Isotopic Certified Reference Material of galactose. Ottawa: National Research Council Canada; 2018. doi.org/10.4224/crm.2018.galt-1
6. Chartrand, M.M.G., Meija, J., Kumkrong, P. and Mester, Z. (2019) Three sugar certified reference materials for carbon isotope delta ratio measurements. *Rapid Comm. Mass Spectrom.* 33: 272-280. doi.org/10.1002/rcm.8357
7. CIPM. (2015) Decision 104-26 – Traceability exception related to delta value isotope ratio measurements. <https://www.bipm.org/documents/20126/48101963/Traceability-Exception-QM1.pdf/ca63c530-c553-60a1-9111-406c66de4c4d>
8. International Atomic Energy Agency (2007). NBS 22, IAEA-CH-3, IAEA-CH-6, IAEA-CH-7, USGS24 reference sheet. <https://bit.ly/3lfrbXP>
9. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Materials USGS61, USGS62 and USGS63 (Hydrogen, Carbon and Nitrogen Isotopes in Caffeine). <https://www.usgs.gov/media/files/rsil-report-stable-isotopic-composition-reference-materials-usgs61-usgs62-and-usgs63>
10. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Material USGS40 (Carbon and Nitrogen Isotopes in L-glutamic acid). <https://www.usgs.gov/media/files/rsil-report-stable-isotopic-composition-reference-material-usgs40>
11. Assonov, S., Groening, M., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., and Hillaire-Marcel, C. (2020). Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ determination. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 34(20): e8867. doi.org/10.1002/rcm.8867
12. Assonov, S., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., Allison, C., and Gröning, M. (2021). Characterisation of new reference materials IAEA-610, IAEA-611 and IAEA-612 aimed at the VPDB $\delta^{13}\text{C}$ scale realisation with small uncertainty. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 35(7): e9014. doi.org/10.1002/rcm.9014

13. Hélie, J.-F., Adamowicz-Walczak, A., Middlestead, P., Chartrand, M. M. G., Mester, Z., and Meija, J. (2021). Discontinuity in the Realization of the Vienna Peedee Belemnite Carbon Isotope Ratio Scale. *Anal. Chem.* 93: 10740-10743. doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02458

14. Chartrand, M. M. G., Meija, J., Hélie, J.-F., Middlestead, P., Ramalingam, M., Aziz, A. A., and Mester, Z. (2022). Characterization of vanillin carbon isotope delta reference materials. *Anal. Bioanal. Chem.* 414(27): 7877-7883. doi.org/10.1007/s00216-022-04322-x

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant le MRC FRUT-1 peut être obtenue à l'adresse suivante : doi.org/10.4224/crm.2018.frut-1

Auteurs

Michelle M.G. Chartrand¹, Juris Meija¹, Jean-Francois Hélie², Agnieszka Adamowicz-Walczak², Paul Middlestead³, Patricia Grinberg¹, Paramee Kumkrong¹, and Zoltan Mester¹

¹ Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin Montréal, Ottawa ON K1A 0R6

² Geotop, Université du Québec à Montréal

³ Laboratoire d'isotopes stables Ján Veizer, Université d'Ottawa

Remerciements

Nous remercions également la contribution des membres du personnel du CNRC : Marie-Pier Thibeault, Kenny Nadeau, Garnet McRae, Jennifer Bates, Enea Pagliano, Lu Yang, et Jeremy Melanson.

Citation

Chartrand MMG, Meija J, Hélie J-F, Adamowicz-Walczak A, Middlestead P, Grinberg P, Kumkrong P et Mester Z; FRUT-1 : Matériau de référence certifié isotopique du fructose; Ottawa : Conseil national de recherches du Canada; 2018; Disponible à l'adresse suivante : doi.org/10.4224/crm.2018.frut-1

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

FRUT-1

Date de publication : décembre 2018

Date d'expiration : décembre 2028

Révisé : janvier 2020 (modifications rédactionnelles), novembre 2023 (date d'expiration prolongée, révision de la valeur certifiée du delta isotopique du carbone, modifications rédactionnelles)

Approuvée par :

Patricia Grinberg, Ph.D.
Chef d'équipe, Métrologie chimique - Inorganique
Métrologie CNRC

Ce certificat n'est valide que si le matériau correspondant a été obtenu directement du CNRC ou d'un revendeur autorisé.

Conseil national de recherches Canada
Métrologie
1200, chemin de Montréal
Édifice M36, Pièce 1029
Ottawa (Ontario) K1A 0R6

Téléphone : 613-993-2359
Télécopieur : 613-993-8915
Courriel CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca

