



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

ZERA-1

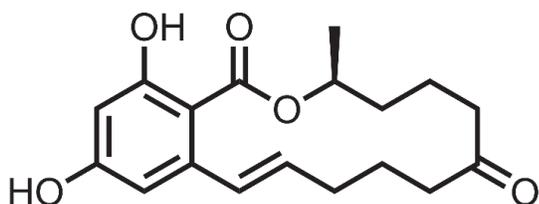
Matériau de référence certifié – solution d'étalonnage de zéaralénone

ZERA-1 est un matériau de référence certifié (MRC) sous forme de solution d'étalonnage de la mycotoxine zéaralénone. 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 la zéaralénone. Des valeurs certifiées pour la fraction massique et la concentration massique de zéaralénone dans ZERA-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, la zéaralanone, sont fournies dans le tableau 2.

Les valeurs certifiées de zéaralénone dans une solution d'acétonitrile 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-¹H) avec un étalon interne. La fraction massique de zéaralénone dans ZERA-1 a également été confirmée lors d'un exercice de comparaison internationale coordonné au sein du Bureau international des poids et mesures (BIPM) [1]. L'incertitude élargie (U_{MRC}) de la valeur certifiée est égale à $U_{MRC} = ku_c$, u_c étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [2] et k étant le facteur de couverture. U_{MRC} a été obtenue en utilisant un facteur de couverture de 2 ($k = 2$, intervalle de confiance de 95 %). L'incertitude U_{MRC} tient compte de tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la valeur certifiée.

Tableau 1: Valeurs certifiées et les incertitudes élargies ($k = 2$, intervalle de confiance de 95 %)

Composé	Formule moléculaire	Fraction massique µg/g	Concentration massique µg/mL
zéaralénone	C ₁₈ H ₂₂ O ₅	66,5 ± 0,7	51,9 ± 0,8



zéaralénone

Numéro CAS: 17924-92-4

Clé InChI: MBMQEIFVQACCCH-QBODLPLBSA-N

Formule Moléculaire: C₁₈H₂₂O₅

Masse Molaire: 318,367 ± 0,010 g/mol

Tableau 2: Valeur informative pour ZERA-1

Composé	Numéro CAS	Formule moléculaire	Fraction massique µg/g	Concentration massique µg/mL
zéaralanone (ZAN)	5975-78-0	C ₁₈ H ₂₄ O ₅	0,035	0,027

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

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 de zéaralénone.

Entreposage

Il est recommandé de conserver le présent matériau dans un environnement réfrigéré à température contrôlée, comme un réfrigérateur dont la température se situe approximativement à + 4 °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. Comme zéaralénone est une substance photosensible, il faut éviter d'exposer ZERA-1 à la lumière. 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. Une fois l'ampoule ouverte, le contenu doit être transféré dans une bouteille en verre ambré, fermée hermétiquement et gardée à la noirceur à + 4 °C ou moins. Il n'est pas recommandé d'évaporer à sec la solution de ZERA-1.

La concentration massique rapportée a été calculée à partir de la fraction massique en utilisant une valeur de densité de $0,780 \pm 0,008$ 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 de ZERA-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

Afin de préparer la solution d'étalonnage, un échantillon de zéaralénone sous forme solide a été dissous en utilisant l'acétonitrile comme solvant. La zéaralénone a été fournie par Agriculture et Agroalimentaire Canada et sa pureté a été obtenue par analyse RMNq-¹H avec étalon interne. 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 de ZERA-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 -40 °C. Aucune détérioration n'a été observée durant cette période de temps pour chacune des températures mentionnées. La stabilité à long terme d'échantillons de zéaralénone dans une solution d'acétonitrile conservés à -20 °C pendant deux et sept mois a été évaluée par CL-UV. Ces échantillons ont été comparés avec la concentration attendue. Une régression linéaire a été obtenue à partir des résultats et les différentes pentes de régression n'étaient pas significativement différentes de zéro. Par conséquent, les résultats de stabilité à long terme et de stabilité de transport ne démontrent aucune tendance d'instabilité. Une étude de stabilité isochrone accélérée au cours de deux, quatre, six et huit semaines, pendant laquelle ZERA-1 a été exposée à une température de +50 °C, n'a révélée aucune tendance à l'instabilité lors d'une comparaison par régression linéaire par rapport à des échantillons de référence maintenus à -40 °C. Sans aucune observation qui démontre une tendance à l'instabilité sous les conditions testées, la valeur de $u_{\text{stabilité}}$ pour ZERA-1 a été établie à zéro.

Homogénéité

De prime abord, ZERA-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 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 [3, 4]. Aucune hétérogénéité n'a été observée et donc, la valeur de u_{hom} est assignée à zéro.

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 3.

Tableau 3: Composantes de l'incertitude pour ZERA-1

Composé	$U_{k=2}$ µg/g	u_c µg/g	u_{car} µg/g	u_{hom} µg/g	$u_{\text{stabilité}}$ µg/g
zéaralénone	0,70	0,35	0,35	0,00	0,00

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 de dimethyl terephthalate, qui a ensuite été utilisé comme étalon interne pour RMNq-¹H. À ce titre, ZERA-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] R. D. Josephs, A. Daireaux, M. Bedu, Xiuqin Li, Xiaomin Li, Z. Guo, T. Choteau, G. Martos, S. Westwood, R. I. Wielgosz, H. Li, M. Simón, E. C. P. do Rego, B. C. Garrido, R. Leal, L. Carvalho, E. Guimarães, A. Bahadoor, J. Bates, J. E. Melanson, P. Giannikopoulou, C. Alexopoulos, E. Kakoulides, I. Mugenya, D. Prevoo-Franzsen, M. Fernandes-Whaley, S. Marbumrung, M. Bilsel, B. Binici, and T. Gokcen. "Key Comparison Study—Organic Solvent Calibration Solution—Gravimetric Preparation and Value Assignment of Trans-Zearalenone (Trans-Zen) in Acetonitrile (Acn)." *Metrologia* 57, no. 1A: 08019-19. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/57/1a/08019>.
- [2] Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement. JCGM 100:2008.
- [3] T.P.J. Linsinger, J. Pauwels, A.M.H. van der Veen, H. Schimmel, A. Lamberty, Homogeneity and stability of reference materials, *Accred Qual Assur* (2001), 6: 20-25. <https://doi.org/10.1007/s007690000261>
- [4] ISO (2017), Reference materials – Guidance for the characterization and assessment Evaluation of homogeneity and instability. ISO Guide 35:2017.

Cité par

Une liste des publications scientifiques citant ZERA-1 peut être consultée au doi.org/10.4224/crm.2020.zera-1.

Remerciements

Nous remercions les membres du personnel du CNRC Garnet McRae, Bradley Stocks, Patricia Grinberg et Marie-Pier Thibeault pour leur contribution. Les auteurs souhaitent aussi remercier Dr Barbara Blackwell d'Agriculture et Agroalimentaire Canada, qui a fourni la zéaralénone pour le MRC.

Citation

Merci de citer ce document ainsi:

Bahadoor A, Bates J, Melanson J, ZERA-1: Matériau de référence certifié – solution d'étalonnage de zéaralénone, Ottawa, Conseil national de recherches Canada, 2020, doi.org/10.4224/crm.2020.zera-1.

ZERA-1

Date de publication: Août 2020

Date d'expiration: Août 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

