



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

DORM-4

Matériau de référence certifié de protéines de poissons pour l'analyse des métaux à l'état de traces

Le tableau suivant montre les éléments pour lesquels on a établi valeurs certifiées, valeurs de référence et valeurs informatives pour ce matériau de référence certifié de protéines de poissons (CRM).

L'incertitude élargie (U_{CRM}) de la valeur certifiée est égale à $U = ku_c$, où u_c est l'incertitude combinée, calculée selon le Guide [1] de JCGM et k est le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été utilisé pour tous les éléments, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %. L'incertitude U_{CRM} tient compte de tous les aspects qui contribuent raisonnablement à l'incertitude de la quantité mesurée. Toutes les valeurs indiquées sont exprimées pour la masse sèche.

Tableau 1: Valeurs certifiées et incertitudes élargies ($k=2$) pour DORM-4

Élément	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure
arsenic (b,d,f)	6,87 ± 0,44	MEF-14
cadmium (a,d)	0,299 ± 0,018	MEF-16
calcium (d,e)	2360 ± 140	MEF-17
chrome (a,d,e)	1,87 ± 0,18	MEF-18
cuivre (a,d,e)	15,7 ± 0,46	MEF-20
fer (a,d)	343 ± 20	MEF-21
plomb (a,b,d)	0,404 ± 0,062	MEF-22
magnésium (d,e)	910 ± 80	MEF-23
manganèse (b,d,e)	3,17 ± 0,26	MEF-24
mercure (a,c,g)	0,412 ± 0,036	MEF-25
nickel (a)	1,34 ± 0,14	MEF-28
potassium (d,e)	15 500 ± 1000	MEF-29
sélénium (a,d,f)	3,45 ± 0,40	MEF-30
argent (a,d)	0,0252 ± 0,0050	MEF-31
strontium (d,e)	10,1 ± 0,8	MEF-33
vanadium (d,e)	1,57 ± 0,14	MEF-34
zinc (a,d)	51,6 ± 2,8	MEF-35

Tableau 1 (continu ): Valeurs certifi es et incertitudes  largies ($k=2$) pour DORM-4

Compos�	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacit� de mesure
arsenobetaine (en As) (h,i)	3,95 ± 0,36	MEF-15
m�thylmercure (en Hg) (j,k)	0,355 ± 0,028	MEF-26

Tableau 2: Valeurs de r f rence et incertitudes  largies ($k=2$) pour DORM-4

�l�ment	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacit� de mesure
aluminium (b,d,e)	1280 ± 340 *	MEF-13
sodium (d,e)	14 000 ± 2400	MEF-32
�tain (a,d)	0,061 ± 0,018	--

* Remarque: La fraction massique de l'aluminium est obtenue sans l'utilisation d'acide fluorhydrique.

Tableau 3: Valeurs informatives en DORM-4

�l�ment	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacit� de mesure
cobalt (d)	0,25	MEF-19
lithium (d)	1,21	--
molybd�ne (d)	0,29	MEF-27
phosphore (d)	8000	--
uranium (d)	0,050	--

Tableau 3 (continu ): Valeurs informatives en DORM-4

Compos�	Fraction massique, mg/kg (en Sn)	Reconnaissance internationale de la capacit� de mesure
monobutyl�tain (j)	< 0,05	--
dibutyl�tain (j)	< 0,005	--
tributyl�tain (j)	< 0,005	--

Codes

Les codes font r f rence aux m thodes exp rimentales utilis es pour le dosage de l'analyte.

- a** Spectrom trie de masse   plasma induit   dilution isotopique (ID-ICP-MS)
- b** Spectrom trie de masse   plasma induit par ajout dos  d' talons (ICP-MS)
- c** Spectrom trie de masse   plasma induit (ICP-MS)

- d** Spectrométrie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES)
- e** Spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par ajout dosé d'étalons (ICP-AES)
- f** Spectroscopie d'absorption atomique à four de graphite après production d'hydrure
- g** Spectroscopie d'absorption atomique en vapeur froide (CV-AAS)
- h** Chromatographie liquide ICPMS par ajout dosé d'étalons (LC-ICP-MS)
- i** Chromatographie liquide spectrométrie de masse Orbitrap à dilution isotopique
- j** Chromatographie en phase gazeuse ICPMS à dilution isotopique (ID-GC-ICP-MS)
- k** Chromatographie en phase gazeuse spectrométrie de masse à dilution isotopique (ID-GC-MS)

Reconnaissance internationale des aptitudes en matière de mesure

Les capacités de mesure sur lesquelles reposent les présents résultats sont enregistrées dans la base de données des Capacités de mesure et d'étalonnage (CMC) du Bureau international des poids et mesures (BIPM), signifiant la reconnaissance des certificats de mesure des instituts nationaux de métrologie (INM) participant à l'Arrangement de reconnaissance mutuelle (ARM) avec les identifiants correspondants. La liste de toutes les capacités de mesures enregistrées pour les matrices d'eau peut être consultée dans la base de données du BIPM, à l'adresse suivante : <https://www.bipm.org/kcdb/>.

Valeurs certifiées

Les valeurs certifiées sont celles que le Conseil national de recherches du Canada (CNRC) considère comme étant 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 de référence

Les valeurs de référence sont celles en lesquelles il n'y a pas assez de données pour fournir une estimation exhaustive de l'incertitude (Tableau 2).

Valeurs informatives

Les valeurs informatives sont celles en lesquelles il n'y a pas assez de données pour fournir toute estimation de l'incertitude (Tableau 3).

Utilisation prévue

Ce matériau de référence a été prévu pour être utilisé dans l'étalonnage et le développement des méthodes d'analyse de la faune marine et des matériaux dont la matrice est analogue. Une masse minimale de l'échantillon de 250 mg est recommandée.

Entreposage et prélèvement d'échantillons

Ce matériau doit être entreposé dans un endroit frais et sombre. Chaque bouteille est emballée dans un sachet en pellicule trilaminée comme isolation imperméable à la vapeur de mercure. Des expériences ont montré que, dans des conditions de vapeur de mercure ambiante élevée, le mercure peut pénétrer le couvercle de plastique de la bouteille et contaminer son contenu. La bouteille doit être tournée et agitée avant son utilisation pour assurer que le contenu est bien mélangé. La bouteille doit être bien refermée par la suite. Les valeurs certifiées sont basées sur un sous-échantillon d'au moins 250 mg prélevé de la bouteille.

Directives de séchage

Bien qu'initialement exempt d'humidité suite à sa lyophilisation, le matériau a absorbé de l'humidité lors des opérations ultérieures. Une aliquote de l'échantillon séparé doit être séché à une masse constante pour obtenir la teneur en humidité. On peut faire sécher le matériau DORM-4 à poids constant par la méthode suivante: (1) sécher à pression réduite (p. ex., 50 mm Hg) à la température de la pièce dans un dessiccateur sous vide au-dessus du perchlorate de magnésium pendant 24 heures; (2) sécher sous vide (environ 0,5 mm Hg) à la température de la pièce pendant 24 heures.

Préparation du matériau

Ce matériau de référence a été préparé à partir d'un mélange homogénéisé de protéines de poissons. On a produit un matériau uniforme à l'aide d'un procédé d'hydrolyse enzymatique après avoir retiré les os et la majeure partie des huiles. L'hydrolysate des protéines a été séché par pulvérisation, passé au tamis de 297 μm , mélangé, puis mis en bouteille. Après l'avoir mis en bouteille, le matériau a été stérilisé en le soumettant à une dose de rayonnement gamma minimum de 25 kGy par le Gamma Centre of Excellence de Nordion (Laval, QC, Canada), afin de réduire au minimum tout effet d'une activité biologique.

Stabilité

Le CRM prédécesseur, DORM-3, avait été analysé périodiquement pendant plus de dix ans et on avait déterminé qu'il était physiquement et chimiquement stable pendant cette période de temps. Nous prévoyons que les résultats pour le matériau DORM-4 seront semblables. Les composants de l'incertitude attribuables à la stabilité à long et à court terme sont considérés négligeables et ne font donc pas partie du budget des incertitudes.

Homogénéité

L'homogénéité de ce matériau a été testée au CNRC. Les résultats obtenus avec des sous échantillons (250 mg) ont été évalués en suivant le modèle des effets aléatoires de DerSimonian-Laird, et inclus dans le calcul des valeurs certifiées [2].

Incertainité

L'estimation de l'incertitude combinée (u_c) couvre les incertitudes dues à la caractérisation du lot (u_{car}), à la variation possible d'une bouteille à l'autre (u_{hom}) et aux divergences entre les différentes méthodes d'analyse utilisées ($u_{méthode}$). Cette dernière, estimée comme étant l'hétérogénéité du modèle des effets aléatoires ajusté aux résultats des méthodes individuelles, est également connue sous le nom d'incertitude noire. [3,4]. Ces incertitudes sont données dans le tableau 4 sous forme d'incertitudes types.

Tableau 4: Éléments d'incertitude pour le DORM-4

Élément	u_c , mg/kg	u_{car} , mg/kg	u_{hom} , mg/kg	$u_{méthode}$, mg/kg
arsenic	0,22	0,11	0,19	0,00
cadmium	0,009	0,005	0,007	0,000
calcium	70	30	60	0
chrome	0,09	0,05	0,08	0,00
cuiivre	0,23	0,07	0,22	0,00

Élément	U_c ,	U_{car} ,	U_{hom} ,	$U_{méthode}$,
fer	10	5	9	0
plomb	0,031	0,007	0,030	0,000
magnésium	40	40	20	0
manganèse	0,13	0,09	0,10	0,00
mercure	0,018	0,009	0,016	0,000
nickel	0,07	0,05	0,05	0,00
potassium	500	300	400	0
sélénium	0,20	0,10	0,17	0,00
argent	0,0025	0,0014	0,0020	0,0004
strontium	0,4	0,3	0,3	0,0
vanadium	0,07	0,07	0,01	0,0
zinc	1,4	0,8	1,1	0,0

Tableau 4 (continué): Éléments d'incertitude pour le DORM-4

Composé	U_c , mg/kg	U_{car} , mg/kg	U_{hom} , mg/kg	$U_{méthode}$, mg/kg
arsenobetaine (en As)	0,18	0,17	0,05	0,00
méthylmercure (en Hg)	0,014	0,007	0,012	0,000

Tableau 4 (continué): Éléments d'incertitude pour le DORM-4

Élément	U_c , mg/kg	U_{car} , mg/kg	U_{hom} , mg/kg	$U_{méthode}$, mg/kg
aluminium	170	40	50	160
sodium	1200	200	200	1200
étain	0,009	0,003	0,004	0,007

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans ce certificat d'analyse sont rattachables au SI grâce à des étalons de pureté établie préparés par gravimétrie, à des protocoles de mesure validés et à des comparaisons de mesures entre divers laboratoires du monde. Ainsi, le DORM-4 constitue un matériau de référence adéquat pour des programmes d'assurance de la qualité en laboratoire, conformément à la norme ISO/CEI 17025.

Système de gestion de la qualité (ISO 17034, ISO/CEI 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/CEI 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 qu'ils possèdent est à jour. Notre site Web, www.cnrc.gc.ca/mrc, affichera tout nouveau renseignement à cet égard.

Références

1. Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM100:2008.
2. R. DerSimonian, N. Laird (1986) Meta-analysis in clinical trials. *Controlled Clinical Trials* 7: 177-188.
3. A. Possolo, B. Toman (2007) Assessment of measurement uncertainty via observation equations. *Metrologia*, 44: 464-475.
4. M. Thompson, S.L.R Ellison (2011) Dark uncertainty. *Accreditation and Quality Assurance*, 16: 483-487.

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant DORM-4 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2012.dorm-4.

Auteurs

Scott Willie¹, Christine Brophy¹, Vincent Clancy¹, Indu Gedara¹, Joe Lam¹, Paulette Maxwell¹, Peggy McCooeye¹, Patricia Grinberg¹, Juris Meija¹, Zoltan Mester¹, Ralph E. Sturgeon¹, et L. Yang¹.

¹ Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa (Ontario) K1A 0R6, Canada

Citation

Willie S, Brophy C, Clancy V, Pihillagawa I, Lam J, Maxwell P, McCooeye P, Grinberg P, Meija J, Mester Z, Sturgeon RE et Yang L. DORM-4: Matériau de référence certifié de protéines de poissons pour l'analyse des métaux à l'état de traces. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2012.

Disponible à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2012.dorm-4.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

DORM-4

Date de publication: juin 2012

Date d'expiration: décembre 2022

Révisé : février 2015 (As, Cd, Cu, Cr, Fe, Hg, Ni, Pb, Sn, Se, Zn et MeHg modifié; Ag, Al, Ca, K, Mg, Mn, Na, Sr, V et AsBet ajoutée); mars 2016 (modifications rédactionnelles), octobre 2019 (date d'expiration prolongée, modifications rédactionnelles), septembre 2020 (date d'expiration prolongée, modifications rédactionnelles)

Approuvée par : 

Zoltan Mester, 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

