



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

MOOS-3

Matériau de référence certifié d'eau de mer pour les éléments nutritifs

Le tableau suivant montre les éléments pour lesquels une valeur certifiée a été établie pour ce matériau de référence. L'incertitude élargie de la valeur certifiée est égale à $U_{CRM} = u_c$, où u_c est l'incertitude-type composée calculée selon le Guide [1] de l'JCGM et k étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été appliqué, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %. Il est entendu que U_{MRC} englobe toutes les sources pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la quantité mesurée.

Tableau 1 : valeurs certifiées et leurs incertitudes élargies ($k=2$) pour le MOOS-3

Nutritif	Forme	Concentration molaire, $\mu\text{mol/L}$	Concentration massique, mg/L	Fraction massique, mg/kg	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
phosphate (a,b)	P	$1,60 \pm 0,15$	$0,050 \pm 0,005$	$0,048 \pm 0,004$	TEW40
	PO_4^{3-}	$1,60 \pm 0,15$	$0,152 \pm 0,014$	$0,147 \pm 0,013$	
silicate (a,c,d)	Si	$30,4 \pm 0,7$	$0,85 \pm 0,02$	$0,83 \pm 0,02$	TEW41
	SiO_2	$30,4 \pm 0,7$	$1,83 \pm 0,04$	$1,77 \pm 0,04$	
nitrite (e)	N	$3,54 \pm 0,05$	$0,0496 \pm 0,0007$	$0,0481 \pm 0,0007$	TEW39
	NO_2^-	$3,54 \pm 0,05$	$0,1630 \pm 0,0024$	$0,1581 \pm 0,0023$	
nitrate (e)	N	$23,0 \pm 0,2$	$0,322 \pm 0,003$	$0,313 \pm 0,003$	-
	NO_3^-	$23,0 \pm 0,2$	$1,427 \pm 0,015$	$1,384 \pm 0,015$	
nitrite + nitrate (f)	N	$26,6 \pm 0,3$	$0,372 \pm 0,004$	$0,361 \pm 0,003$	TEW38

Information supplémentaire

Densité de MOOS-3 (à +20 °C) telle que déterminée par pycnométrie: $\rho_{\text{MOOS-3}} = 1,0307(8) \text{ kg/L}$

Concentration massique de nitrite telle que déterminée par colorimétrie:

$$\gamma(\text{NO}_2^-) = 0,157(15) \text{ mg/L or } \gamma(\text{N}) = 0,048(5) \text{ mg/L}$$

Les poids atomiques utilisés:

$$A_r(\text{N}) = 14,0069(2), A_r(\text{O}) = 15,9994(2), A_r(\text{P}) = 30,973\,762(2), A_r(\text{Si}) = 28,0850(6)$$

Codes

Les codes font référence à la méthode expérimentale utilisée pour doser l'analyte.

- a spectrophotométrie
- b chromatographie à échange d'ions de spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS)
- c ICP-MS à dilution isotopique
- d spectrométrie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES)
- e spectrométrie chromatographie en phase gazeuse de masse à dilution isotopique
- f calculé à partir de la teneur en nitrite et nitrate

Reconnaissance internationale de la capacité 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 laboratoires nationaux de métrologie (NMI) participant à l'Arrangement de reconnaissance mutuelle 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 dans lesquelles le Conseil national de recherches du Canada (CNRC) a la plus grande confiance en ce qui a trait à l'exactitude et pour lesquelles toutes les sources connues ou suspectées d'erreur systématique ont été prises en compte et sont reflétées dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont les meilleures estimations de la valeur réelle et de de l'incertitude (tableau 1).

Utilisation prévue

Ce matériau de référence est destiné principalement à l'étalonnage de procédures et le développement de méthodes utilisées pour analyser les éléments nutritifs dans l'eau de mer. Un échantillon minimal de 3 mL est recommandé.

Entreposage et échantillonnage

Ce matériel doit être entreposé dans la bouteille d'origine au réfrigérateur (à la température nominale de +4 °C) et les endroits sombres, bien que des échantillons stockés à +37 °C pendant des périodes de deux semaines n'ont pas subi de changements détectables. Le matériel ne doit pas être congelé.

Une fois ouvert, la contamination peut induire des changements dans les mesurandes. Si seulement une partie de l'échantillon doit être utilisée, il faut prendre soin d'entreposer le reste pour une utilisation à une date ultérieure. La bouteille doit être ouverte pour la période minimale dans un endroit propre, et doit être refermée hermétiquement. S'il vous plaît noter que l'unité de CRM peut contenir petite quantité de débris d'origine biologique ou inorganique. La présence de ce matériel ne porte pas atteinte à la validité des valeurs certifiées.

Préparation du matériau

Le matériau MOOS-3 a été prélevé à une latitude de 47,062833 °N, et à une longitude de 59,982333 °W, au large de l'extrémité nord de l'île du Cap-Breton, en Nouvelle-Écosse (Canada).

L'eau a été prélevée à une profondeur d'environ 200 mètres à l'aide d'une rosette contenant 22 bouteilles Niskin, chacune ayant un volume approximatif de 10 litres. Le contenu de chaque bouteille Niskin a été transféré dans une bonbonne de 50 litres à travers un filtre à cartouche de 0,05 μm à l'aide d'une pompe péristaltique. L'eau a été prélevée le 24 juin 1996 et irradiée le 16 juillet 1996. En 2012, l'eau a été homogénéisée et mise en bouteille.

Méthodes d'analyse

Des méthodes reposant sur des procédés colorimétriques traditionnels ont été utilisées pour les phosphates et les silicates. Des méthodes indépendantes basées sur la spectroscopie de masse à plasma induit/chromatographie à exclusion ionique pour les silicates (dilution isotopique) et les phosphates ont été mises au point au CNRC pour confirmer les résultats colorimétriques. Les silicates ont également été analysés par spectrométrie d'émission atomique par plasma couplé à induction (ICP-MS). La méthode de chromatographie en phase gazeuse MS à dilution isotopique a été mise au CNRC pour les nitrites et les nitrates [2]. Toutes les mesures contribuant à ce certificat ont été effectuées par le personnel de métrologie chimique du CNRC, à Ottawa.

Stabilité

MOOS-2, le CRM qui a précédé MOOS-3, a été analysé périodiquement pendant plus de dix ans, période durant laquelle il a été physiquement et chimiquement stable. MOOS-3 devrait se comporter de façon analogue. 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 du matériau a été analysée au CNRC. Les résultats des sous-échantillons ont été analysés par ANOVA et sont inclus dans le calcul des valeurs certifiées.

Incertitude

Ces sources incluent l'incertitude dans la caractérisation de l'échantillon global (u_{car}) et celle ayant trait à de possibles variations de contenant à contenant (u_{hom}). Exprimées sous forme d'incertitude standard, ces composantes sont inscrites dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Composantes de l'incertitude relative pour MOOS-3

Nutrient	u_c , relative	u_{car} , relative	u_{hom} , relative
phosphate (PO_4^{3-})	100%	66%	34%
silicate (SiO_3^{2-})	100%	94%	6%
nitrite (NO_2^-)	100%	95%	5%
nitrate (NO_3^-)	100%	88%	12%

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont traçables au SI au moyen d'étalons de pureté établie, préparés par gravimétrie, de matériaux de référence certifiés et de comparaisons internationales de mesures. En tant que tel, le MOOS-3 peut servir de matériau de référence pour

des programmes d'assurance de la qualité de laboratoire, comme il est indiqué dans 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, 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 veiller à ce que le certificat en leur possession soit à jour. Notre site Web, www.nrc.gc.ca/crm, présentera toute nouvelle information.

Références

1. Évaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure JCGM 100:2008.
2. Pagliano, E., Meija, J., Sturgeon, R.E., Mester, Z., D'Ulivo, A. Negative chemical ionization GC/MS determination of nitrite and nitrate in seawater using exact matching double spike isotope dilution and derivatization with triethyloxonium tetrafluoroborate. *Anal Chem.* 2012, 84, p. 2592-2596.

Auteurs

Les membres suivants du personnel du CNRC ont contribué à la production et à la certification du MOOS-3: V.P. Clancy, I.P. Gedara, P. Grinberg, J. Meija, Z. Mester, E. Pagliano, S. Willie and L. Yang.

Remerciements

La coopération et les conseils de M. Peter Strain, Ph. D., Carol Anstey (Bedford Institute of Oceanography, Dartmouth, Nouvelle-Écosse) sur la préparation de ce matériau ont été beaucoup appréciés.

Citation

Ce document devrait être cité ainsi :

Clancy V, Pihillagawa Gedara I, Grinberg P, Meija J, Mester Z, Pagliano E, Willie S, Yang L. MOOS-3: Matériau de référence certifié d'eau de mer pour les éléments nutritifs. Ottawa, Conseil national de recherches Canada, 2014.

Disponible à l'adresse suivante: <https://doi.org/10.4224/crm.2014.moos-3>

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

MOOS-3

Date de publication: novembre 2013

Date d'expiration: décembre 2022

Révisé: novembre 2014, mars 2016 (modifications rédactionnelles), mai 2016 (modifications rédactionnelles, entreposage section mise à jour), juillet 2018 (date d'expiration prolongée), août 2019 (date d'expiration prolongée), août 2020 (date d'expiration prolongée et modifications rédactionnelles), juillet 2021 (date d'expiration prolongée)

Approuvé 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
Télocopieur : 613-993-8915
Courriel CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca

