



# Certificat d'analyse

## Matériau de référence certifié

---

### VANA-1

#### Matériau de référence certifié isotopique de la vanilline

VANA-1 est un matériau de référence certifié (MRC) isotopique de la vanilline du Conseil national de recherches Canada (CNRC). Une unité de VANA-1 consiste en environ 0,75 g de vanilline. Ce matériau de référence certifié est destiné à être utilisé avec au moins un autre matériau de référence pour étalonner les mesures du delta isotopique du carbone à l'échelle de la Vienna Pee Dee Belemnite (VPDB).

La valeur certifiée pour le delta isotopique du carbone dans le VANA-1 a été déterminée en combinant les résultats de mesure de trois laboratoires experts participants, dont le CNRC, en utilisant le modèle statistique des effets aléatoires de laboratoire. L'incertitude élargie associée à la valeur certifiée a été calculée conformément au guide JCGM [1] et correspond à un niveau de confiance d'environ 95 % ( $k = 2$ ). La valeur certifiée du delta de l'isotope du carbone et son incertitude élargie sont les suivantes

$$-31,30 \text{ ‰} \pm 0,06 \text{ ‰}$$

exprimée sur l'échelle VPDB avec une valeur de  $-46,6 \text{ ‰}$  attribuée au LSVEC et  $+1,95 \text{ ‰}$  au NBS19 [2].

#### 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 et on les a incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont la meilleure estimation de la valeur réelle et de l'incertitude.

#### Utilisation prévue

Ce matériau de référence certifié est destiné à être utilisé avec au moins un autre matériau de référence pour étalonner les mesures du delta isotopique du carbone à l'échelle VPDB. Une masse minimale d'échantillon de 500  $\mu\text{g}$  est recommandée. Le CNRC fournit également le MRC VANB-1 avec une valeur de delta isotopique du carbone de  $-25,85 \text{ ‰} \pm 0,05 \text{ ‰}$  sur l'échelle VPDB [3].

#### Stockage et échantillonnage

Chaque unité de MRC est emballée dans une pochette d'aluminium trilaminée. Les unités non ouvertes de VANA-1 peuvent être stockées à température ambiante dans un endroit propre, à l'abri de la lumière directe du soleil. Les unités MRC doivent être ouvertes dans un endroit propre en prenant des précautions contre la contamination pendant l'échantillonnage. Il est recommandé de boucher hermétiquement les flacons ouverts et de les conserver à température ambiante dans une boîte sèche ou un dessiccateur à l'abri de la lumière directe du soleil.

## Préparation du matériau

Le VANA-1 a été préparé à partir de vanilline pure. La bouteille de 1 kg a été retournée pour homogénéiser le contenu, tamisée à travers une maille d'environ 600  $\mu\text{m}$ , et retournée pour une homogénéisation supplémentaire avant la mise en bouteille. Une seule unité de VANA-1 contient environ 0,75 g de vanilline.

## Stabilité

On a constaté que le VANA-1 était isotopiquement stable à température ambiante et aux températures typiques du stockage et du transport ( $-20$  à  $+40$  °C).

## Homogénéité

L'homogénéité des valeurs delta des isotopes du carbone dans VANA-1 a été évaluée en analysant 40 unités de VANA-1. L'incertitude due à l'homogénéité a été évaluée en utilisant un modèle bayésien à effets aléatoires et a été incluse dans le budget d'incertitude.

## Incertainité

Sont incluses dans l'estimation globale de l'incertitude combinée ( $u_c$ ) les incertitudes provenant de la caractérisation par le CNRC et deux laboratoires externes ( $u_{car}$ ), et l'incertitude liée à la variation entre bouteilles des valeurs delta isotopiques ( $u_{hom}$ ). Exprimées sous forme d'incertitudes standard, ces composantes sont  $u_c = 0,03$  ‰,  $u_{car} = 0,030$  ‰, et  $u_{hom} = 0,007$  ‰.

## Traçabilité métrologique

Le Comité international des poids et mesures (CIPM) a noté que les mesures du delta isotopique qui ne peuvent pas actuellement être tracées au Système international d'unités (SI) devraient être tracées à des matériaux reconnus comme des normes internationales par la Commission de l'UICPA sur les abondances isotopiques et les poids atomiques. La valeur du delta isotopique du carbone dans le VANA-1 est traçable à de tels matériaux de référence internationalement reconnus [4] et sert de matériau de référence approprié pour les programmes d'assurance de la qualité des laboratoires, comme indiqué dans la norme ISO/IEC 17025.

La traçabilité des valeurs delta des isotopes du carbone dans le VANA-1 a été établie à l'aide de matériaux de référence internationalement reconnus. Pour l'évaluation des incertitudes, nous avons révisé les incertitudes standard des cinq matériaux de référence ci-dessous en ajoutant l'incertitude associée à la cohérence entre les matériaux de référence,  $u = 0,029$  ‰ [5], à leurs incertitudes standard rapportées [4,6-8]. Les valeurs delta isotopiques certifiées et les incertitudes standard révisées suivantes ont été utilisées:

IAEA-CH-6: $-10,450(49)$ ‰	USGS65: $-20,290(49)$ ‰
IAEA-600: $-27,770(49)$ ‰	NBS 22: $-30,030(58)$ ‰
USGS61: $-35,050(49)$ ‰	

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 [9,10]. Par conséquent, ces valeurs doivent être converties à l'échelle VPDB telle que définie par NBS19 et LSVEC [11]. 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 [5], 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) ([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 CIPM. L'approbation SIM est disponible sur demande.

### Mises à jour

Pour les mises à jour, veuillez consulter le site [doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1).

### Références

1. Evaluation of Measurement Data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications>
2. Coplen, T. B., Brand, W. A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H. A. J., Toman, B., and Verkouteren, R. M. (2006). New Guidelines for  $\delta^{13}\text{C}$  Measurements. *Anal. Chem.* 78(7): 2439-2441. [doi.org/10.1021/ac052027c](https://doi.org/10.1021/ac052027c)
3. Chartrand, M. M. G., Meija, J., Middlestead, P., Hélie, J.-F., Grinberg, P., and Mester, Z. (2022). VANB-1: Isotopic Certified Reference Material of vanillin. Ottawa, National Research Council Canada. [doi.org/10.4224/crm.2022.vanb-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.vanb-1)
4. 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](https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023)
5. Chartrand, M. M. G., Meija, J., Kumkrong, P., and Mester, Z. (2019). Three certified sugar reference materials for carbon isotope delta measurements. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 33(3): 272-280. [doi.org/10.1002/rcm.8357](https://doi.org/10.1002/rcm.8357)
6. International Atomic Energy Agency (2007). NBS 22, IAEA-CH-3, IAEA-CH-6, IAEA-CH-7, USGS24 reference sheet. <https://bit.ly/3lfrbXP>
7. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Materials USGS61, USGS62 and USGS63 (Hydrogen, Carbon and Nitrogen Isotopes in Caffeine). <https://isotopes.usgs.gov/lab/referencematerials/USGS61-USGS62-USGS63.pdf>
8. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Materials USGS64, USGS65, USGS66 (Carbon and Nitrogen Isotopes in Glycine). <https://isotopes.usgs.gov/lab/referencematerials/USGS64-USGS65-USGS66.pdf>
9. 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](https://doi.org/10.1002/rcm.8867)
10. 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](https://doi.org/10.1002/rcm.9014)

11. 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 Pee Dee Belemnite Carbon Isotope Ratio Scale. *Anal. Chem.* 93: 10740-10743. [doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02458](https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02458)

### Cité par

Une liste de publications scientifiques citant le VANA-1 peut être obtenue à l'adresse suivante: [doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1).

### Auteurs

Michelle M.G. Chartrand<sup>1</sup>, Juris Meija<sup>1</sup>, Paul Middlestead<sup>2</sup>, Jean-Francois Hélie<sup>3</sup>, Patricia Grinberg<sup>1</sup>, et Zoltan Mester<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup> Laboratoire d'isotopes stables Ján Veizer, Université d'Ottawa

<sup>3</sup> Geotop, Université du Québec à Montréal

### Remerciements

Les contributions de Lu Yang, Juan He, Leandro Mota Santos et Mitchell Bordash (CNRC) sont reconnues.

### Citation

Chartrand MMG, Meija J, Middlestead P, Hélie J.-F., Grinberg P, Mester Z. VANA-1: Matériau de référence certifié isotopique de la vanilline. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2022. Disponible à l'adresse suivante [doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.vana-1).

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

**VANA-1**

*Date de publication : juillet 2022*

*Date d'expiration : juillet 2027*

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](mailto:CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca)

