



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

DOLT-5

Foie de chien de mer, matériau de référence certifié pour les métaux traces et d'autres constituants

DOLT-5 est un matériau de référence certifié (MRC) pour le foie d'aiguillat (*Squalus acanthias*) du Conseil national de recherches du Canada, qui contient des informations sur la teneur en oligo-éléments et en espèces. Une unité de DOLT-5 consiste en environ 20 grammes de foie d'aiguillat dans un flacon en verre ambré.

Le tableau 1 présente les valeurs certifiées, de référence et informatives établies pour DOLT-5. L'incertitude élargie associées aux valeurs certifiées et de référence ont été calculées selon le guide JCGM [1] et correspondent à environ 95 % de confiance ($k = 2$). Toutes les valeurs indiquées sont exprimées par rapport à la masse sèche du matériau.

Tableau 1 : Fractions massiques et leurs incertitudes élargies ($k = 2$) pour DOLT-5

Élément/composé	Fraction massique, mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
aluminium (c, d)	$31,7 \pm 4,2$	référence	MEF-13
antimoine (d)	0,013	information	--
arsenic (b, d)	$34,6 \pm 2,4$	certifiée	MEF-14
arsénobétaïne (en tant qu'As) (g,i)	$24,2 \pm 0,8$	certifiée	MEF-15
arsenic inorganique (en As) (g,h)*	$0,034 \pm 0,002$	certifiée	--
acide diméthylarsinique (en As) (g,h)	$3,09 \pm 0,188$	référence	--
acide monométhylarsonique (en As) (g,h)	$0,201 \pm 0,024$	référence	--
cadmium (a, d)	$14,5 \pm 0,6$	certifiée	MEF-16
calcium (c)	550 ± 80	certifiée	MEF-17
chrome (a, d)	$2,35 \pm 0,58$	référence	MEF-18
cobalt (b, d)	$0,267 \pm 0,026$	certifiée	MEF-19
cuivre (a, c, d)	$35,0 \pm 2,4$	certifiée	MEF-20
fer (a, c, d)	1070 ± 80	certifiée	MEF-21
plomb (a, d)	$0,162 \pm 0,032$	certifiée	MEF-22
magnésium (c)	940 ± 100	certifiée	MEF-23
manganèse (d)	$8,91 \pm 0,70$	référence	MEF-24
mercure (a, e)	$0,44 \pm 0,18$	certifiée	MEF-25

Élément/composé	Fraction massique, mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
méthylmercure (en Hg) (f)	0,119 ± 0,058	référence	MEF-26
molybdène (a, d)	1,41 ± 0,22	certifiée	MEF-27
nickel (a, d)	1,71 ± 0,56	référence	MEF-28
phosphore (d)	11 500	information	--
potassium (c)	14 400 ± 3000	certifiée	MEF-29
sélénium (a, d)	8,3 ± 1,8	certifiée	MEF-30
argent (a, d)	2,05 ± 0,08	certifiée	MEF-31
sodium (c)	9 900 ± 1600	certifiée	MEF-32
strontium (a, c, d)	3,73 ± 0,26	certifiée	MEF-33
thallium (d)	0,013	information	--
étain (a, d)	0,069 ± 0,036	certifiée	--
uranium (d)	0,082	information	--
vanadium (b, d)	0,51 ± 0,06	certifiée	MEF-34
zinc (a, c, d)	105,3 ± 5,4	certifiée	MEF-35

* l'arsenic inorganique est la somme de l'As(III) et de l'As(V)

Codes

Les codes font référence aux méthodes expérimentales utilisées pour le dosage de l'analyte.

- a** Spectrométrie de masse à plasma induit à dilution isotopique (ID-ICP-MS)
- b** Spectrométrie de masse à plasma induit par ajout dosé d'étalons (ICP-MS)
- c** Spectrométrie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES)
- d** Spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS)
- e** Spectroscopie d'absorption atomique en vapeur froide (CV-AAS)
- f** Chromatographie en phase gazeuse ICPMS à dilution isotopique (ID-GC-ICP-MS)
- g** Chromatographie en phase liquide couplée à un ICP-MS par ajout dosé d'étalons (SA-LC-ICP-MS) [2]
- h** Chromatographie en phase liquide couplée à un ICP-MS (LC-ICP-MS) [2]
- i** Chromatographie en phase liquide avec spectrométrie de masse Orbitrap à dilution isotopique

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.

Valeurs de référence

Les valeurs de référence sont des valeurs non certifiées pour lesquelles on ne dispose pas de données suffisantes pour fournir une estimation complète de l'incertitude afin de permettre leur certification complète.

Valeurs informatives

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

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 dans une matrice alimentaire peut être consultée dans la base de données du BIPM, à l'adresse suivante : <https://www.bipm.org/kcdb/>.

Utilisation prévue

Ce matériau de référence a été prévu pour être utilisé dans la calibration 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. 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. Le matériau devrait être asséché à une masse constante avant son utilisation. Un séchage à 105 °C pendant plusieurs heures est recommandé comme simple mesure pour obtenir une masse sèche pour la plupart des utilisations. La teneur en humidité est estimée à 0,043 g/g.

Préparation du matériau

Le foie de chien de mer congelé a été obtenu et préparé par le Guelph Food Technology Center (Guelph, ON, Canada), où il a été broyé (50 µm), mélangé, partiellement dégraissé à 40 °C, puis lyophilisé. Le foie lyophilisé a ensuite été dégraissé par POS Bio-Sciences (Saskatoon, SK, Canada) en utilisant de l'hexane afin d'obtenir une poudre à écoulement fluide. Les échantillons dégraissés ont été mis en bouteille au CNRC et stérilisés sous rayonnement avec une dose minimale 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 MRC précédent, DOLT-4, a été analysé périodiquement pendant plus de 10 ans, et il a été montré qu'il était stable physiquement et chimiquement pendant toute cette période. Nous espérons des résultats similaires pour le DOLT-5. Les éléments d'incertitude liés à la stabilité à

court et long terme ont été considérés négligeables et n'ont donc pas été inclus dans le bilan 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 [3].

Incertitude

Les incertitudes liées à la caractérisation du lot (u_{car}), à la variation d'une bouteille à l'autre (u_{hom}) et à la variation d'une méthode de dosage à l'autre ($u_{méthode}$) ont été prises en compte pour l'estimation de l'incertitude combinée totale (u_c). Ces incertitudes sont données dans le tableau 2 sous forme d'incertitudes types.

Tableau 2 : Éléments d'incertitude pour le DOLT-5

Élément/composé	u_c , mg/kg	u_{car} , mg/kg	u_{hom} , mg/kg	$u_{méthode}$, mg/kg
aluminium	2,1	1,0	1,8	0,0
arsenic	1,2	0,8	0,9	0,0
arsénobétaïne (en tant qu'As)	0,4	0,3	0,2	0,0
cadmium	0,3	0,2	0,2	0,0
calcium	40	30	20	0
chrome	0,29	0,15	0,25	0,00
cobalt	0,013	0,009	0,010	0,000
cuivre	1,2	0,6	1,0	0,0
fer	40	20	30	0
plomb	0,016	0,007	0,014	0,000
magnésium	50	40	30	0
manganèse	0,35	0,35	0,00	0,00
mercure	0,09	0,02	0,05	0,07
méthylmercure (en Hg)	0,029	0,011	0,009	0,025
molybdène	0,11	0,11	0,03	0,00
nickel	0,28	0,12	0,25	0,00
potassium	1500	1400	400	0
sélénium	0,9	0,3	0,8	0,0
argent	0,04	0,03	0,03	0,00
sodium	800	700	300	0
strontium	0,13	0,09	0,09	0,00
étain	0,018	0,003	0,017	0,004
vanadium	0,03	0,02	0,02	0,00
zinc	2,7	1,9	1,9	0,0

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 DOLT-5 peut servir de matériau de référence pour des programmes d'assurance de la qualité de laboratoire, comme il est indiqué dans la norme ISO/IEC 17025.

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 d'avoir en main un certificat à jour. Pour les mises à jour, veuillez consulter le site doi.org/10.4224/crm.2014.dolt-5.

Références

1. Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/publications/guides/gum.html>
2. Gajdosechova Z, Grinberg P, Kubachka et al. (2023) Determination of inorganic As, DMA and MMA in marine and terrestrial tissue samples: a consensus extraction approach. *Environmental Chemistry*. 20: 5-17. doi.org/10.1071/EN23006
3. R. DerSimonian, N. Laird (1986) Meta-analysis in clinical trials. *Controlled Clinical Trials* 7: 177-188. [doi.org/10.1016/0197-2456\(86\)90046-2](http://doi.org/10.1016/0197-2456(86)90046-2)

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant DOLT-5 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2014.dolt-5.

Auteurs

Lu Yang¹, Scott Willie¹, Patricia Grinberg¹, Indumathi Gedara Pihillagawa¹, Vincent Clancy¹, Paulette Maxwell¹, Garnet McRae¹, Calvin Palmer¹, Kevin Kubachka², Mesay Wolle³, Andrea Raab⁴, Joerg Feldmann⁴, Rebecca Sim^{5,6}, Ásta H. Pétursdóttir⁵, Tomáš Matoušek⁷, Stanislav Musil⁷, Ben Wozniak⁸, Stephen Springer⁸, Nausheen W. Sadiq⁸, Hakan Gurleyuk⁸, Juris Meija¹, and Zoltan Mester¹.

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

² Forensic Chemistry Center, U.S. Food and Drug Administration, Cincinnati, OH 45237, United States

³ Division for Bioanalytical Chemistry, Office of Regulatory Science, Center for Food Safety and Applied Nutrition, U.S. Food and Drug Administration, 5001 Campus Drive, College Park, MD 20740, United States

⁴ Institute for Chemistry, TESLA - Analytical Chemistry, University of Graz, Universitätsplatz 1/I, 8010, Graz, Austria.

⁵ Mátis, Research and Innovation, Vinlandsleid 12, 113, Reykjavik, Iceland

⁶ University of Iceland, School of Engineering and Natural Sciences, Dunhagi 3, 107 Reykjavik, Iceland

⁷ Institute of Analytical Chemistry of the Czech Academy of Sciences, Veveří 97, 602 00, Brno, Czech Republic

⁸ Brooks Applied Labs, 18804 North Creek Parkway, Suite 100, Bothell, WA 98011, United States

Citation

Yang L, Willie S, et al. DOLT-5: Matériau de référence certifié foie de chien de mer. Conseil national de recherches Canada; 2014. Disponible à l'adresse suivante : doi.org/10.4224/crm.2014.dolt-5.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

DOLT-5

Date de publication : août 2014

Date d'expiration : août 2026

Révisé : janvier 2016 (modifications rédactionnelles, correction typographique pour U et TI dans le tableau 3 corrigée), mars 2016 (modifications rédactionnelles), août 2017 (AsBet ajoutée), mai 2019 (date d'expiration prolongée et modifications rédactionnelles), octobre 2023 (spéciation de l'arsenic ajoutée et modifications rédactionnelles), mars 2024 (date d'expiration prolongée)

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

