



SELM-1

Matériau de référence certifié de levure enrichie de sélénium

Le tableau suivant montre les espèces analysées pour lesquelles on a établi des valeurs certifiées pour ce matériau de référence de levure enrichie de sélénium (SELM-1).

Les valeurs certifiées sont basées sur la moyenne non pondérée des résultats de données provenant de trois séries de mesures indépendantes dans le cas de la sélénométhionine (SeMet) et de la méthionine (Met) et de deux mesures indépendantes de la teneur totale en sélénium. L'incertitude élargie (U_{CRM}) de la valeur certifiée est égale à $U = k u_c$, où u_c est l'incertitude type combinée calculée selon le Guide [1] de l'ISO et k est le facteur de couverture. La valeur de u_c est déterminée à partir des incertitudes combinées des différentes méthodes d'analyse (u_{cha}) ainsi que des incertitudes attribuables à l'homogénéité (u_{hom}) et à la stabilité (u_{stab}).

On veut que U_{CRM} englobe tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la quantité mesurée [2]. Un facteur de couverture de 2 a été appliqué à tous les éléments. Le tableau suivant contient les quantités mesurées certifiées dans le matériau SELM-1.

VALEURS CERTIFIÉES (milligrammes/kilogrammes)

Total Sélénium	2059	±	64
Sélénométhionine	3389	±	173
Méthionine	5758	±	277

Un rapport de certification complet est disponible sur demande.

Les méthodes d'analyse utilisées/élaborées pour déterminer la quantité de SeMet et de Met dans les matrices de levures sont documentées dans les publications examinées par un comité de lecture [4-8].

Utilisation visée

Ce matériau de référence certifié vise l'étalonnage des instruments et l'évaluation des méthodes d'analyse de la SeMet, de la Met et de la teneur totale en sélénium dans les levures ou les matières contenues dans des matrices semblables. Le matériau n'est pas destiné aux usages nutritionnels, médicaux ou diagnostiques parce que sa sécurité n'a pas été établie.

Entreposage et prélèvement d'échantillons

Ce matériau doit être entreposé à une température de -20 °C pour assurer la stabilité de la SeMet et de la Met. Le contenant doit être tourné et agité pour assurer que son contenu est bien mélangé avant d'utiliser le matériau. La bouteille doit ensuite être bien refermée et entreposée de nouveau à une température de -20 °C.

Préparation du matériau SELM-1

On a utilisé un échantillon de levure sélénié (levure cultivée dans un milieu enrichi de sélénium) sec, de source commerciale, pour préparer ce MRC. On n'a fait aucune autre présélection ou mélange. Le matériau a été embouteillé « tel quel ».

Le matériau a été embouteillé dans des bouteilles de verre propres de couleur ambre (poids nominal du matériau : 8 g). Pendant l'embouteillage, l'espace non rempli a été purgé d'air avec de l'argon. Après l'embouteillage, le matériau a été stérilisé en le soumettant à une dose minimum d'irradiation gamma de 25 kGy au Centre d'irradiation canadien, à Laval (Québec).

Directives de séchage

On doit utiliser une aliquote distincte de l'échantillon pour obtenir un facteur de correction du poids sec. Le séchage pendant 4 jours dans un appareil de cryodessiccation s'est révélé être une méthode relativement simple pour obtenir un poids constant.

Incertitude

Les nouvelles lignes directrices pour les producteurs de MRC laissent supposer que toutes les sources pertinentes pour l'utilisateur du matériau devraient contribuer à l'incertitude de la valeur certifiée [2,3]. L'évaluation de l'incertitude globale comprend les incertitudes attribuables à la caractérisation des lots (u_{char}), les incertitudes attribuables aux variations entre les bouteilles (u_{hom}) ainsi que l'instabilité dérivée des effets liés à l'entreposage à long terme et au transport (u_{stab}). Ces composants sont exprimés sous forme d'incertitudes normalisées et peuvent être combinés ainsi :

$$u_{\alpha(CRM)}^2 = u_{char}^2 + u_{hom}^2 + u_{stab}^2 \quad (1)$$

Les différentes statistiques utilisées pour calculer les valeurs certifiées sont indiquées dans le tableau 2.

Caractérisation

Les valeurs des propriétés ont été déterminées par GC-MS à dilution isotopique et par LC-MS à dilution isotopique (SeMet et Met) et par ICP-MS à dilution isotopique et ICP-OES pour la teneur totale en Se. Toutes les mesures rattachées à ce certificat ont été effectuées par le personnel de Métrologie chimique de l'IÉNM du CNRC, à Ottawa.

Les incertitudes de caractérisation (u_{char}) ont été calculées selon l'équation 2,

$$u_{char} = \frac{s}{\sqrt{p}} \quad (2)$$

où s est l'écart type des moyennes et p est le nombre de moyennes incluses dans le calcul. Les éléments de l'incertitude liés à la caractérisation du matériau SELM-1 sont indiqués au tableau 2.

Homogénéité

L'homogénéité de ce matériau a été analysée par ANOVA selon les résultats de bouteilles choisies au hasard. Les résultats de différentes bouteilles déterminés par ID-GC-MS ont mené aux éléments d'incertitude signalés au tableau 2.

$$s_{\text{between}}^2 < \frac{s_{\text{meas}}^2}{n} \quad (3)$$

où s_{meas} est l'écart type de répétabilité de la méthode utilisée pour évaluer l'homogénéité et n est le nombre d'échantillons répétés par unité. Dans ces cas, u_{hom} a été calculé selon l'équation 4 :

$$u_{\text{hom}} = \sqrt{\frac{MS_{\text{within}}}{n}} \sqrt{\frac{2}{v_{MS_{\text{within}}}}} \quad (4)$$

où MS_{within} représente la moyenne des carrés dans les groupes et $v_{MS_{\text{within}}}$ est le nombre de degrés de liberté.

L'homogénéité est valable pour les sous-échantillons de 250 mg ou plus.

Stabilité

On a attribué un élément d'incertitude basé sur une étude d'une demie année de la stabilité de la Met et de la SeMet dans le matériau SELM-1. On a analysé des échantillons entreposés

La contribution à l'incertitude attribuable à la non-homogénéité, u_{hom} , est égale à l'écart type entre les unités dérivé expérimentalement (s_{between}) comme meilleur estimé de l'incertitude attribuable à l'hétérogénéité entre les unités. Cependant, dans le cas du Se, la situation illustrée par l'équation 3 s'est produite :

pendant un mois à -20 °C, +4 °C, +22 °C et +44 °C. On a évalué un élément d'incertitude lié à la stabilité à court terme (transport), mais il n'est pas considéré comme étant important, ni pour la Met, ni pour la teneur totale en Se. On a toutefois observé une perte de SeMet et on a donc assigné un élément d'incertitude.

Expiration de la certification

Les valeurs certifiées indiquées sont valables jusqu'en novembre 2006 dans les limites d'incertitude de mesure précisées, pourvu que les MRC sont manipulés et entreposés selon les directives ci-inclues. La stabilité de ces MRC continuera à être contrôlée. Veuillez consulter notre site Web pour tout nouveau renseignement.

Mises à jour

Il se peut que des valeurs de référence soient mises à jour, et que des valeurs soient assignées à d'autres éléments, quand on aura accès à d'autres données. Ces mises à jour seront publiées dans notre site Web à l'adresse http://inms-ienm.nrc-cnrc.gc.ca/calserv/chemical_metrology_e.html.

Tableau 2. Élément d'incertitude pour le matériau SELM-1

	Se, mg/kg	SeMet, mg/kg	Met, mg/kg
u_{char}	28	29	54
u_{hom}	15	20	31
u_{stab}	-	79	124
u_{c}	32	87	138
$u_{\text{CRM}} (k=2)$	64	173	277

Références

- [1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISBN 92-67-10188-9, 1st ed. ISO, Geneva, Switzerland (1993).
- [2] J. Pauwels, A. van der Veen, A. Lamberty, H. Schimmel, *Accred Qual Assur* (2000) 5:95-99.
- [3] J. Pauwels, A. Lamberty, H. Schimmel, *Accred Qual Assur* 1998, 3, 180-184.
- [4] S. McSheehy, L. Yang, R. Sturgeon, Z. Mester, *Anal Chem* 2005, 77, 344-349.
- [5] S. McSheehy, J. Kelly, L. Tessier and Z. Mester, *Analyst*, 2005, 130, 35-37
- [6] L. Yang, Z. Mester, R. E. Sturgeon, *Anal Chem*, 2004, 76, 5149-5156
- [7] L. Yang, R. E. Sturgeon, S. McSheehy and Z. Mester, *J. Chromatogr A*, 2004, 1055, 177-184
- [8] L. Yang, R. E. Sturgeon, W. R. Wolf, R. J. Goldschmidt and Z. Mester, *J Anal At Spectrom* 2004, 19, 1448-1453.

Remerciements

Les membres suivants du personnel de l'Institut des étalons nationaux de mesure du Conseil national de recherches du Canada ont participé à la certification : M. McCooeye, V. P. Clancy, P. Maxwell, S. McSheehy, Z. Mester, R. E. Sturgeon, S. N. Willie, C. Scriver et L. Yang.

Nous reconnaissons avec gratitude la coopération de la personne suivante : Thomas Tompkins, Lallemand, Montréal (Canada).

Les résultats indiqués dans ce certificat sont traçables au Système international par l'entremise d'étalons de pureté établie, préparés gravimétriquement, et de comparaisons de mesures internationales. En tant que tel, ils servent de matériaux de référence convenables pour les programmes d'assurance de la qualité de laboratoires, tel que précisé dans la norme ISO/CEI 17025.

Date de délivrance du certificat : Juin 2005.
Date d'expiration : Novembre 2006.

Les résultats indiqués dans ce certificat sont traçables au Système international par l'entremise d'étalons de pureté établie, préparés gravimétriquement, et de comparaisons de mesures internationales. En tant que tel, ils servent de matériaux de référence convenables pour les programmes d'assurance de la qualité de laboratoires, tel que précisé dans la norme ISO/CEI 17025.

Les commentaires, renseignements et demandes de renseignements doivent être envoyés à :

R.E. Sturgeon, Ph. D.
Conseil national de recherches du Canada
Institut des étalons nationaux de mesure
Édifice M-12
1200, chemin de Montréal
Ottawa (Ontario) K1A 0R6
Canada

Tél. (613) 993-2359
Télec. (613) 993-2451
Courriel crm.inms@nrc-cnrc.gc.ca

Also available in English on request.

The logo for Canada, featuring the word "Canada" in a serif font with a small Canadian flag to the right of the letter 'a'.