



CCRMP

Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC

Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : janvier 2016

Version : janvier 2016

REE-2

Matériaux de référence certifiés : un carbonatite avec des éléments de terres rares

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le REE-2

Nota: Pour chaque élément, veuillez s'adresser à la note en bas du tableau qui indique les méthodes analytiques employées pour la détermination des valeurs certifiées, provisoires et indicatives. Pour plus amples renseignements, veuillez s'adresser au rapport pour la certification.

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al ^a	%	0,761	0,015	0,049	0,020
Ba ^b	%	5,02	0,08	0,29	0,15
Ca ^a	%	13,68	0,16	0,37	0,16
Ce ^a	µg/g	9610	140	360	160
Co ^a	µg/g	7,71	0,31	0,51	0,27
Dy ^a	µg/g	69,2	1,4	1,6	0,8
Er ^a	µg/g	14,0	0,4	1,6	2,1
Eu ^a	µg/g	96,6	1,7	5,8	2,5
Fe ^a	%	12,14	0,17	0,42	0,17
Ho ^a	µg/g	7,87	0,20	0,56	0,25
La (total) ^b	µg/g	5130	80	110	50
Li ^a	µg/g	9,61	0,54	0,59	0,43
Perte au feu ^c	%	31,38	0,07	0,19	0,11
Mg (total) ^b	%	6,26	0,06	0,21	0,10
Mn (total) ^b	%	1,316	0,015	0,051	0,024

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le REE-2 *suite*

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Nd ^a	µg/g	3660	60	170	70
P ^a	%	0,461	0,006	0,024	0,011
Pr ^a	µg/g	1075	22	52	26
Rb ^a	µg/g	1,22	0,17	0,24	0,13
S(total) ^d	%	1,745	0,041	0,092	0,057
Sc ^a	µg/g	57,5	1,1	3,6	2,0
Si (total) ^b	%	1,377	0,020	0,053	0,030
Sm ^a	µg/g	410	6	16	7
Sn ^a	µg/g	24,1	1,0	3,3	1,5
Sr ^a	µg/g	2300	40	210	80
Ta ^a	µg/g	1,17	0,11	0,25	0,15
Tb ^a	µg/g	20,3	0,4	1,4	0,7
Th ^a	µg/g	737	12	34	14
Ti ^b	%	0,1969	0,0048	0,0096	0,0049
Tm ^a	µg/g	1,383	0,042	0,044	0,022
U ^a	µg/g	3,73	0,13	0,27	0,12
W ^a	µg/g	9,9	0,6	1,3	0,9
Y ^a	µg/g	176	3	13	6

a Les données incluent généralement des ensembles par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), plusieurs types de fusions; et pour quelques éléments, la préparation d'une pastille de poudre compacte ou une perle ou une fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons X, et l'analyse instrumentale par activation neutronique

b les données incluent généralement des ensembles par plusieurs types de fusions, et la préparation d'une perle ou une fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons X

c Les données sont provenu des échantillons de 0,8 à 2 grammes séchés pour une période de temps de 0,5 à 4 heures entre 650 à 1050°C.

d Les données généralement incluent des ensembles par la technique de la combustion couplée à la détection infrarouge et plusieurs types de fusions

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le REE-2

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Be ^{a, b}	µg/g	3,31	0,14	0,14	0,13
Bi ^c	µg/g	2,00	0,10	0,39	0,22
C ^d	%	9,06	0,06	0,26	0,17
Cd	µg/g	1,11	0,10	0,24	0,19
Cr (total) ^e	µg/g	32,7	1,3	8,7	7,3
Cu (DA) ^{a, f, g}	µg/g	5,55	0,44	0,44	0,27
Gd ^b	µg/g	219	4	21	10
Hf ^{b, c}	µg/g	0,95	0,39	0,39	0,17
In ^b	µg/g	1,403	0,055	0,063	0,056
K ^b	%	0,0172	0,0021	0,0050	0,0040
Lu ^b	µg/g	0,92	0,03	0,16	0,07
Mo	µg/g	154	3	13	6
Na ^{b, c}	%	0,120	0,008	0,025	0,013
Nb ^b	µg/g	1060	30	130	60
Ni (DA) ^{a, f}	µg/g	8,99	0,28	0,70	0,75
Ni (total) ^{a, e}	µg/g	13,1	1,6	2,7	2,4
Pb ^c	µg/g	40,8	3,2	9,6	4,3
Sb ^{b, c}	µg/g	0,89	0,06	0,14	0,09
Tl ^b	µg/g	0,240	0,009	0,036	0,028
V (total) ^e	µg/g	79	2	16	8
Yb ^b	µg/g	7,2	0,2	1,0	0,5
Zn (DA) ^f	µg/g	369	13	47	34
Zn (total) ^e	µg/g	420	11	62	38
Zr (total) ^e	µg/g	32,2	3,2	7,9	4,3

a L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ou 7 ensembles

b Les données incluent généralement des ensembles par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), plusieurs types de fusions; et pour quelques éléments, la préparation d'une pastille de poudre compacte ou une perle ou une fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x

c Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque l'écart type inter-laboratoires obtenu est de 15% ou plus par rapport à la moyenne; et/ou puisque un montant notable de données a un chiffre significatif

d Les données ont été obtenus généralement par la technique de la combustion couplée à la détection infrarouge

e Les données incluent généralement des ensembles par plusieurs types de fusions; et pour quelques éléments, la préparation d'une pastille de poudre compacte ou une perle ou une fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x

suite

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le REE-2 *suite*

- f Les données incluent des digestions avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et quatre acides*
- g les données pour le cuivre par la digestion avec des acides apparaissent donner un valeur plus bas que celui par fusion. Par contre, à cause d'un manque de concordance, il n'est pas possible de fixer un valeur total.*

Tableau 3 – Valeurs indicatives pour le REE-2 (semi-quantitatif seulement)

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Ag	µg/g	1	5 / 25
Cr (DA4) ^a	µg/g	14	5 / 25
Cs ^b	µg/g	0,09	7 / 35
Ga ^a	µg/g	60	3 / 15
Ge ^b	µg/g	7	5 / 35
La (DA4) ^a	µg/g	4600	4 / 20
Mg (DA4) ^a	%	5,7	5 / 25
Mn (DA4) ^a	%	1,1	5 / 25
humidité ^c	%	0,4	13 / 65
S (DA4) ^a	%	0,7	3 / 15
V (DA4) ^a	µg/g	60	4 / 20
Zr (DA) ^a	µg/g	20	4 / 20

- a Les données incluent des ensembles par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), uniquement*
- b Les données incluent des ensembles par la digestion avec quatre acides et divers types de fusions*
- c Les données sont provenu des échantillons de 0.8 à 2 gramme séchés pour une période de temps de 0,5 à 4 heures à 105°C.*

SOURCE

Le REE-2 est un carbonatite avec des éléments de terres rares qui provient d'une société minière canadienne.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentent sont : dolomite (35.4%); ankerite (22.6%); sidérite (13.0%); baryte (8.6%); chlorite (5.0%); apatite avec des éléments des terres rares et la calcite (chacun à 3.1%); hornblende (1.7%); pyrite (1.3%); fergusonite (1.1%); allanite (0.9%); galgenbergite et monazite (chacun à 0.6%); apatite et magnétite (chacun à 0.4%); rutile-(Nb) (0.3%); hastingsite, parisite, quartz et niobate d'yttrium et de titane (chacun à 0.2%); bastnäsite, biotite, Ca-Fe-éléments de terres rares, silicate de Ca-Ti-Ce-Nd, chevkinite, hématite, sphalérite, titanite avec des éléments des terres rares et silicate de Y-Ca

(chacun à 0.1%); annite et bétafite avec calcium (chacun à 0.03%); molybdénite et titanite (0.02%); ilménite, orthoclase et thorite (chacun à 0.01%).

UTILISATION PRÉVUE

Le REE-2 peut être utilisé pour déterminer les teneurs d'éléments de terres rares et des divers autres éléments dans les minerais aux niveaux de concentration majeure, mineure et de traces. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

MODE D'EMPLOI

Le REE-2 doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. Les valeurs attribuées sont valides à la date à laquelle le matériau a été produit. CanmetMINES n'est pas responsable des changements survenant après l'envoi du matériau.

MANUTENTION

Il est recommandé de prendre les mesures de sécurité habituelles dans le cas d'un matériau composé de particules fines, notamment de porter des lunettes de sécurité, un appareil de protection des voies respiratoires, des gants et un sarrau.

MÉTHODE DE PRÉPARATION

La matière brute a été concassée, broyée et tamisée. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm était 70%. La matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 100 g. C'est le seul poids disponible.

HOMOGÉNÉITÉ

L'homogénéité du matériau a été vérifiée en utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. Une masse de 0,05 g de chaque sous-échantillon a été employé pour une digestion par les acides hydrochlorique, nitrique et hydrofluorique avec une micro-onde. La spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage du calcium et du cérium. La spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage de l'erbium, du samarium et du thorium.

L'utilisation d'un sous-échantillon plus petit que celui spécifié pour les éléments mentionnés précédemment invalidera l'utilisation des valeurs certifiées et des paramètres associés. Des analyses statistiques (ANOVA) a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée pour tous ces éléments.

VALEURS CERTIFIÉES

Vingt-un laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en utilisant des méthodes d'analyse de leur choix.

Les méthodes pour l'analyse des éléments ont inclus la digestion par des divers combinaisons des acides avec un plaque chauffante; et des différents types de fusions suivies par la détermination par la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. L'analyse instrumentale par activation neutronique; et la préparation d'une pastille de poudre compacte, la préparation d'une perle ou après un fusion suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x ont été employées pour le dosage de plusieurs éléments.

Le dosage du carbone a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge.

Le dosage du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge; la digestion avec quatre acides, ou les fusions suivis par la détermination par la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ou la spectrométrie de fluorescence de rayons x.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques des données du programme de mesures interlaboratoire. Les valeurs sont réputées être certifiées si elles sont calculées à partir de 10 ensembles de données ou plus qui répondent aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats. Les valeurs moyennes pour trente-trois éléments ont été certifiées (voir le tableau 1).

Une description complète des travaux, y compris les analyses statistiques, et de toutes les méthodes d'analyse, ainsi que les noms de tous les laboratoires participants, se trouvent dans le rapport de certification. Pour plus de détails sur l'utilisation de données dans l'évaluation des résultats de laboratoire, les utilisateurs sont priés de consulter le Guide ISO 33:2015, pages 14-17, et le document, « L'évaluation de la performance d'un laboratoire en matière de matériaux de référence certifiés PCMRC », à l'adresse internet suivante : www.pcmrc.ca.

VALEURS NON CERTIFIÉES

Vingt-quatre valeurs provisoires (voir le tableau 2) ont été calculées à partir de 8 ou 9 séries de données qui répondent aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats, ou sinon, à partir de plus de 10 séries de données qui ne répondent pas aux critères statistiques essentiels du PCMRC; ou, sinon, 6 ou 7 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifient une valeur provisoire. Ce groupe inclut les moyennes pour le beryllium; et les deux, le cuivre et le nickel, spécifiquement par la digestion avec les acides. Les valeurs indicatives de 12 analytes figurant au tableau 3 ont été calculées à partir de la moyenne d'au moins 3 ensembles de données.

TRAÇABILITÉ

Les valeurs indiquées dans le présent certificat sont basées à la fois sur les valeurs acceptées qui ont été obtenues par l'analyse statistiques des données provenant du programme de mesure interlaboratoire, et sur les normes utilisées par les différents laboratoires. Le rapport fournit tous les renseignements disponibles.

HISTORIQUE DE LA CERTIFICATION

REE-2 a été offert comme un nouveau matériau en janvier 2016.

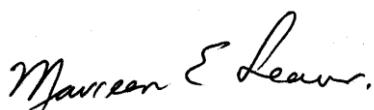
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 janvier 2036.

AVIS JURIDIQUE

CanmetMINES a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification inter-laboratoire au meilleur de ses connaissances et dans la mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau l'acheteur décharge CanmetMINES contre toute responsabilité et tout coût relativement à l'utilisation de ce matériau et des renseignements fournis.

AGENTS DE CERTIFICATION



Maureen E. Leaver – CCRMP Coordinator



Joseph Salley – Data Processor

POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

PCMRC
CanmetMINES (RNCan)
555, rue Booth, pièce 433
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1

Téléphone : (613) 995-4738

Télécopieur : (613) 943-0573

Courriel : NRCAn.ccrmp-pcmrc.RNCan@canada.ca

RÉFÉRENCES

1. Brownlee, K.A., Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering; John-Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.