

**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

# Certificat d'analyse

Première édition : juin 2018

Version : juin 2018

## REE-3

**Matériau de référence certifié : un minerai d'éléments de terres rares et de zirconium**

**Tableau 1 – Valeurs certifiées de REE-3**

*Nota: Veuillez consulter les notes en bas des tableaux qui indiquent les méthodes analytiques employées pour la détermination des valeurs certifiées, provisoires et indicatives. Pour de plus amples renseignements, veuillez consulter le rapport de la certification.*

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al <sup>a, c</sup>	%	4,372	0,033	0,066	0,034
Ba <sup>a, c</sup>	µg/g	69,1	2,0	4,6	2,1
Be <sup>a</sup>	µg/g	82,3	2,4	5,5	3,2
Ca <sup>a, c</sup>	%	1,644	0,019	0,042	0,019
Ce <sup>c</sup>	µg/g	4 540	80	120	60
Cr <sup>c</sup>	µg/g	82	4	10	5
Cs <sup>a, c</sup>	µg/g	1,118	0,040	0,081	0,048
Cu	µg/g	16,3	1,3	2,8	1,6
Dy <sup>a, c</sup>	µg/g	330,3	5,5	9,5	5,1
Er <sup>a, c</sup>	µg/g	187,2	3,7	4,9	2,7
Eu <sup>a, c</sup>	µg/g	20,85	0,46	0,70	0,36
Fe <sup>a, c</sup>	%	8,28	0,08	0,24	0,10

Suite

**Tableau 1 – Valeurs certifiées de REE-3 *suite***

<b>Analyte</b>	<b>Unités</b>	<b>Moyenne</b>	<b>Écart type intra-laboratoire</b>	<b>Écart type inter-laboratoires</b>	<b>Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %</b>
<b>Gd <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>346</b>	<b>8</b>	<b>16</b>	<b>8</b>
<b>Hf <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>448</b>	<b>11</b>	<b>16</b>	<b>10</b>
<b>Ho <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>65,0</b>	<b>1,6</b>	<b>1,8</b>	<b>0,9</b>
<b>K <sup>a, c</sup></b>	<b>%</b>	<b>3,76</b>	<b>0,05</b>	<b>0,11</b>	<b>0,05</b>
<b>La <sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>2 121</b>	<b>36</b>	<b>45</b>	<b>22</b>
<b>Perte au feu <sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,346</b>	<b>0,028</b>	<b>0,085</b>	<b>0,052</b>
<b>Lu <sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>21,53</b>	<b>0,47</b>	<b>0,66</b>	<b>0,37</b>
<b>Mg <sup>a, c</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,0594</b>	<b>0,0029</b>	<b>0,0076</b>	<b>0,0036</b>
<b>Mo</b>	<b>µg/g</b>	<b>59,7</b>	<b>2,5</b>	<b>8,4</b>	<b>4,7</b>
<b>Nb <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>1 073</b>	<b>30</b>	<b>61</b>	<b>28</b>
<b>Nd <sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>2 083</b>	<b>34</b>	<b>52</b>	<b>26</b>
<b>Ni</b>	<b>µg/g</b>	<b>10,83</b>	<b>0,90</b>	<b>0,90</b>	<b>0,58</b>
<b>P <sup>c</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,0201</b>	<b>0,0012</b>	<b>0,0036</b>	<b>0,0023</b>
<b>Pb</b>	<b>µg/g</b>	<b>534</b>	<b>11</b>	<b>24</b>	<b>11</b>
<b>Pr <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>550</b>	<b>11</b>	<b>18</b>	<b>9</b>
<b>Rb <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>887</b>	<b>14</b>	<b>36</b>	<b>17</b>
<b>Si <sup>c</sup></b>	<b>%</b>	<b>29,66</b>	<b>0,11</b>	<b>0,11</b>	<b>0,04</b>
<b>Sm <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>398</b>	<b>8</b>	<b>14</b>	<b>7</b>
<b>Sn <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>121,1</b>	<b>2,7</b>	<b>7,5</b>	<b>3,6</b>
<b>Sr <sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>133,7</b>	<b>3,0</b>	<b>8,8</b>	<b>3,8</b>
<b>Ta <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>60,7</b>	<b>1,7</b>	<b>5,6</b>	<b>2,7</b>
<b>Tb <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>55,2</b>	<b>1,0</b>	<b>2,5</b>	<b>1,3</b>
<b>Th <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>135,5</b>	<b>2,9</b>	<b>4,6</b>	<b>2,5</b>
<b>Ti <sup>a, c</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,3202</b>	<b>0,0055</b>	<b>0,0087</b>	<b>0,0038</b>
<b>Tm <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>25,80</b>	<b>0,62</b>	<b>0,93</b>	<b>0,52</b>
<b>Y <sup>a, c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>1 725</b>	<b>35</b>	<b>96</b>	<b>42</b>

*Suite*

**Tableau 1 – Valeurs certifiées de REE-3 suite**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Yb <sup>a, c</sup>	µg/g	159,4	3,7	4,4	2,4
Zn	µg/g	1 499	29	78	35
Zr <sup>a, c</sup>	µg/g	18 660	160	680	380

*a Soit qu'aucun ensemble n'a été reçu provenant des méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) ou que les ensembles qui emploient la digestion avec deux acides sont considérés comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques.*

*b La moyenne est fondée principalement sur les données provenant d'échantillons de 1 à 2 grammes séchés pour une période de 1 à 2 heures entre 900 à 1050°C.*

*c La moyenne est fondée principalement sur des données provenant de diverses méthodes de digestion complète.*

**Tableau 2 – Valeurs provisoires de REE-3**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Bi <sup>a</sup>	µg/g	1,171	0,052	0,085	0,068
Cd	µg/g	4,2	0,2	1,2	0,8
Co <sup>a</sup>	µg/g	0,92	0,07	0,15	0,13
Mn <sup>a, b</sup>	%	0,313	0,004	0,020	0,009
Na <sup>a, b</sup>	%	2,328	0,018	0,076	0,044
Tl	µg/g	2,341	0,073	0,660	0,473
U <sup>a, b</sup>	µg/g	29,9	0,7	3,7	1,8

*a Soit qu'aucun ensemble n'a été reçu provenant des méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) ou que les ensembles qui emploient la digestion avec deux acides sont considérés comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques.*

*b La moyenne est fondée principalement sur des données provenant de diverses méthodes de digestion complète.*

**Tableau 3 – Valeurs indicatives de REE-3 (semi-quantitatif seulement)**

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Ag	µg/g	2	8 / 40
C <sup>a</sup>	%	0,08	7 / 35
Ga <sup>e</sup>	µg/g	80	18 / 90
In <sup>b</sup>	µg/g	0,4	5 / 25
Li <sup>b</sup>	µg/g	60	9 / 45
Humidité <sup>c</sup>	%	0,1	6 / 30
S <sup>d</sup>	%	0,04	14 / 70
Sb	µg/g	0,2	5 / 25
Sc	µg/g	3	8 / 40
V	µg/g	4	8 / 40
W <sup>b, e</sup>	µg/g	1	8 / 40

*a La moyenne est fondée principalement sur des données provenant de la technique de la combustion couplée à la détection infrarouge.*

*b Soit qu'aucun ensemble n'a été reçu provenant des méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) ou que les ensembles qui emploient la digestion avec deux acides sont considérés comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques.*

*c Les données ont été obtenues d'échantillons de 1 à 4 grammes séchés pour une période de 0,7 à 3 heures à 100 - 105°C.*

*d La moyenne est fondée principalement sur des données obtenues par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), ou la combustion, suivie par divers types de méthodes pour le dosage.*

*e La moyenne est fondée principalement sur des données provenant de diverses méthodes de digestion complète.*

#### **SOURCE**

REE-3 est un minerai avec des éléments de terres rares et de zirconium qui provient d'une société minière canadienne.

#### **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont : quartz (25,8%); orthoclase (21,0%); albite (15,2%); aegerina-augita (9,8%); aegirine (7,6%); hématite/magnétite (5,0%); zircon (4,3%); biotite (4,2%); allanite-(La) (2,6%); gadolinite-(Sm) (1,7%); murataita et fluorite (0,5%); calcite (0,4%); titanite (0,3%); columbite (0,2%); lourenswalsita, illmenite, chromferide, sphalérite, anorthite et granate (chacun à 0,1%); fergusonite (0,07%); bastnäsite et ekanite (chacun à 0,06%); apatite et allanite-(Ce) (chacun à 0,04%); ferrosaponite et pyrite (chacun à 0,02%); et actinolite, ferro-actinolite, wollastonite, parisite et monazite (chacun à 0,01%).

## **UTILISATION PRÉVUE**

Le matériau REE-3 peut être utilisé pour déterminer les teneurs d'éléments de terres rares et des autres éléments dans les minerais au niveau de concentration majeure, mineure et de traces. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité.

## **MODE D'EMPLOI**

Le REE-3 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 (200 mesh) est de 58 pour cent. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles contenant 100 grammes chacune. C'est le seul format disponible.

## **HOMOGENÉITÉ**

Une enquête détaillée de l'homogénéité du matériau a été faite en utilisant quinze bouteilles choisies par une méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. Des sous-échantillons de 0,1 g ont été fusionnés avec un mélange de métaborate de lithium et de tétraborate de lithium. La spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage du calcium, du lanthane et du zirconium. La spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage de l'aluminium, de cérium, du niobium et du thulium.

L'analyse de variance à un critère de classification (ANOVA<sup>1</sup>) a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée pour tous ces éléments.

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.

## **VALEURS CERTIFIÉES**

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

Les méthodes employées pour le dosage d'éléments ont inclus la préparation avec diverses combinaisons d'acides ou divers types de fusion, suivi par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

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 diverses combinaisons d'acides ou la fusion avec le peroxyde de sodium suivi par la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesure 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. Quarante et un analytes ont été certifiés (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 trouve 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, sections 8-9, 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](http://www.pcmrc.ca).

### **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Sept 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. Les valeurs indicatives de 11 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 statistique 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-3 a été offert comme un nouveau matériau en juin 2018.

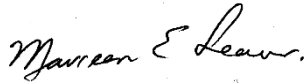
### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 juin 2038.

### **AVIS JURIDIQUE**

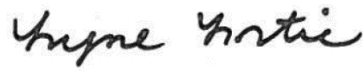
CanmetMINES a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification interlaboratoire au meilleur de ses connaissances et dans la mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau l'acheteur décharge CanmetMINES contre toute responsabilité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

## AGENTS DE CERTIFICATION



---

Maureen E. Leaver – Coordonnatrice PCMRC



---

Lyne Lortie – Traitement de données

### POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

En général, le matériau REE-3 a été préparé en tenant compte des principes énoncés dans les Guides 30, 31, 33, 34 et 35 de l'ISO. 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](mailto: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.