



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



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

# Certificat d'analyse

Première édition : avril 2014

Version : avril 2014

## REE-1

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

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra- laboratoire	Écart type inter- laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al <sup>a</sup>	%	3,59	0,04	0,12	0,06
As <sup>a</sup>	µg/g	124	5	20	12
Ba <sup>a</sup>	µg/g	100,1	4,5	9,4	4,3
Ca <sup>a</sup>	%	2,30	0,03	0,10	0,05
Ce <sup>b</sup>	µg/g	3960	70	150	70
Co <sup>a</sup>	µg/g	1,58	0,15	0,21	0,13
Cr non AD <sup>b</sup>	µg/g	277	9	35	19
Cs <sup>a</sup>	µg/g	1,07	0,05	0,14	0,08
Cu	µg/g	79,7	2,5	7,6	4,4
Dy <sup>a</sup>	µg/g	847	16	41	19
Er	µg/g	701	13	58	26
Eu <sup>a</sup>	µg/g	23,5	0,6	1,7	0,8
Gd <sup>a</sup>	µg/g	433	10	21	10
Hf <sup>a</sup>	µg/g	479	9	26	14
Ho	µg/g	208	4	21	9
K <sup>a</sup>	%	3,09	0,04	0,13	0,06
La <sup>a</sup>	µg/g	1661	28	72	32
Na <sup>a</sup>	%	1,445	0,021	0,077	0,034
Nb <sup>a</sup>	µg/g	4050	90	350	150
Nd <sup>a</sup>	µg/g	1456	25	53	25
Ni	µg/g	24,7	1,7	3,2	2,0

*suite*

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
P <sup>a</sup>	%	0,0261	0,0024	0,0053	0,0033
Pb	µg/g	1137	26	99	46
Pr <sup>a</sup>	µg/g	435	8	18	8
Rb <sup>a</sup>	µg/g	1047	24	47	26
Si <sup>a</sup>	%	31,36	0,16	0,38	0,22
Sm <sup>a</sup>	µg/g	381	8	18	8
Sn <sup>a</sup>	µg/g	498	12	52	25
Sr <sup>a</sup>	µg/g	129	3	13	6
Tb <sup>a</sup>	µg/g	106,2	2,0	9,6	4,4
Th <sup>a</sup>	µg/g	719	19	56	26
Tm <sup>a</sup>	µg/g	106,0	2,1	5,8	2,9
U <sup>a</sup>	µg/g	137	3	10	5
Y <sup>b</sup>	µg/g	5480	100	280	130
Yb <sup>a</sup>	µg/g	678	11	50	22
Zr non AD <sup>b</sup>	%	1,91	0,03	0,15	0,07

*a* Aucun ensembles a été reçus par les méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et/ou la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique); ou les ensembles obtenus par l'un ou l'autre méthodes sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques

*b* Les données incluent des ensembles par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) dans un vaisseau fermé, plusieurs types de fusions, la préparation d'une pastille de poudre compacte suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x et/ou l'analyse instrumentale par activation neutronique basées sur les tests statistiques ou le choix des méthodes par les laboratoires

**Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le REE-1**

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Be <sup>a</sup>	µg/g	590	9	61	34
Bi <sup>b</sup>	µg/g	0,652	0,042	0,062	0,047
C <sup>c</sup>	%	0,0786	0,0046	0,0095	0,0074
Fe <sup>a</sup>	%	4,16	0,03	0,15	0,06
Ga <sup>a</sup>	µg/g	64	1	11	6
Li <sup>a</sup>	µg/g	205	5	17	12

*suite*

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Lu <sup>a</sup>	µg/g	92,4	1,4	8,1	3,8
Mg <sup>a</sup>	%	0,895	0,014	0,063	0,027
Mn <sup>a</sup>	%	0,155	0,003	0,021	0,009
Mo	µg/g	36,6	0,9	4,4	2,3
Sb <sup>a</sup>	µg/g	3,16	0,16	0,17	0,15
Ta <sup>d</sup>	µg/g	231	6	29	13
Ti <sup>a</sup>	%	0,384	0,007	0,030	0,013
Tl <sup>a</sup>	µg/g	1,85	0,07	0,34	0,25
V <sup>a,e</sup>	µg/g	9,9	1,8	4,0	2,6
Zn <sup>a</sup>	µg/g	1870	40	200	90

*a* Aucun ensembles a été reçus par les méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et/ou la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) ; ou les ensembles obtenus par l'un ou l'autre méthodes sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques

*b* Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque un montant notable de données a un chiffre significatif

*c* Toutes les données ont été obtenus par la technique de la combustion couplée à la détection infrarouge

*d* Les données incluent des ensembles par les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) dans un vaisseau fermé, plusieurs types de fusions, la préparation d'une pastille de poudre compacte et/ou l'analyse instrumentale par activation neutronique basées sur les tests statistiques ou le choix des méthodes par les laboratoires

*e* 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 40% par rapport à la moyenne

**Tableau 3 – Valeurs informatives pour le REE-1 (semi-quantitatif seulement)**

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Cr (AD3+AD4) <sup>a</sup>	µg/g	230	5 / 25
Ge <sup>b</sup>	µg/g	3	5 / 25
In <sup>b</sup>	µg/g	0,2	4 / 20
perte au feu <sup>c</sup>	%	2	14 / 70

*suite*

**Tableau 3 – Valeurs informatives pour le REE-1 (semi-quantitatif seulement) suite**

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
humidité <sup>d</sup>	%	0,6	10 / 50
S	%	0,03	6 / 30
Sc <sup>e</sup>	µg/g	8	3 / 15
W <sup>b</sup>	µg/g	10	13 / 65

- a Les données proviennent des méthodes qui emploient la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) ou quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique)*
- b Aucun ensembles a été reçus par les méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et/ou la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) ; ou les ensembles obtenus par l'un ou l'autre méthodes sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*
- c Les données sont provenu des échantillons de 1 à 5 grammes séchés pour une période de temps de 0.8 à 8 heures entre 900 à 1100°C. Les données répondent aux conditions pour le titre provisoire. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre informative puisque les données ont eu une distribution bimodale.*
- d Les données sont provenu (i) des échantillons de 0.25 à 5 gramme séchés pour une période de temps de 1 à 22 heures entre 90 à 105°C, et (ii) la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Les données répondent aux conditions pour le titre provisoire. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre informative puisque l'écart type inter-laboratoires obtenu est de 23% par rapport à la moyenne*
- e Le plus d'ensembles indiquent une limite de detection; trois laboratoires ont donné des données par la digestion avec quatre acides suivies par la détermination par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence*

#### **SOURCE**

Le REE-1 est un minerai d'éléments de terres rares et de zirconium et de niobium qui provient du gisement du lac Strange, Québec, Canada. La matière brute pour REE-1 a été fournie par Quest Rare Minerals Limited.

#### **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont le quartz (39.5%), le feldspath potassique (22.9%), les amphiboles et les pyroxènes (9.3%), l'albite (5.7%), la chlorite (3.1%), la gittinsite (2.2%), le zircon (1.8%), la fluorite and la titanite (chacun à 1.4%), l'epidote, la gittinsite-(Y) and le talc (chacun à 1.2%), la gadolinite-(Y) and le zircon riche en Y (chacun à 1.1%), la kainosite-(Y) et l'yttropyrochlore-(Y) (chacun à 1.0%), l'anorthite (0.8%), la gerenite-(Y), l'hématite et UN1930-01 (un oxyde) (chacun à 0.6%), la bastnaésite-(Y) (0.5%), des autres divers espèces minérales non spécifié (0.4%), la calcite et une espèce semblable à la thorite (chacun à 0.3%), l'apatite and la monazite (chacun à 0.2%), la latrapite, le pyrochlore and la sphalérite (chacun à 0.1%), la pyrite (0.04%), la sidérite (0.03%) and l'anckerite (0.02%).

#### **UTILISATION PRÉVUE**

Le REE-1 peut être utilisé pour déterminer les teneurs d'éléments de terres rares et de zirconium et de niobium 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-1 doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. 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 broyée et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm était de 62%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 100 g. C'est le seul poids disponible.

### **HOMOGENÉITÉ**

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 0,1 g de chaque sous-échantillon a été employé pour une fusion avec le métaborate de lithium. La spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence ou la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage de l'aluminium, du calcium, l'erbium, de l'holmium, du silicium, et de l'yttrium. Aussi, une masse de 0,5 g de chaque sous-échantillon a été employé pour une fusion avec le tétraborate de lithium. La spectrométrie de fluorescence de rayons x a été employée pour le dosage du niobium et du zirconium. 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 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-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 pour l'analyse des éléments ont inclus la digestion par des divers combinaison des acides, et des différents types de fusions suivies par la détermination par la spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. La préparation d'une pastille de poudre compacte suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x a été employée pour le dosage de plusieurs autres éléments. Une analyse instrumentale par activation neutronique a été employée aussi.

Le dosage du carbone et du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Aussi, le dosage du soufre a été réalisé par des fusions suivi par la spectrométrie de fluorescence de rayons x.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques 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-six éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). La valeur de plusieurs éléments certifiés n'inclue pas les digestions avec deux acides basée sur des tests statistiques.

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 33:2000, 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](http://www.pcmrc.ca).

### **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Seize 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 informatives de 8 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-1 a été offert comme un nouveau matériau en avril 2014.

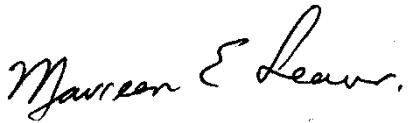
### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 avril 2044.

### **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 Leaver- Coordinatrice, PCMRC



Joseph Salley, Traitement de données

### **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 : [pcmrc@rncan.gc.ca](mailto:pcmrc@rncan.gc.ca)