



CACB-1

Matériau de référence certifié de carbonate de calcium pour le plomb et le cadmium

Le tableau suivant contient les éléments pour lesquels on a établi des valeurs certifiées pour ce matériau de référence de carbonate de calcium (CACB-1).

Les valeurs certifiées sont basées sur les résultats moyens non pondérés de données produites selon deux méthodes indépendantes. L'incertitude élargie (U_{CRM}) de la valeur certifiée est égale à $U = k u_c$ où u_c est l'incertitude normalisée 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 analytiques (u_{char}) ainsi que des incertitudes attribuables à l'homogénéité (u_{hom}).

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 CACB-1.

Valeurs certifiées

Cd	7,6 ± 1,1 ng/g
Pb	243 ± 14 ng/g

Utilisation visée

Le matériau CACB-1 vise l'étalonnage des instruments et l'évaluation des méthodes d'analyse du Pb et du Cd dans le carbonate de calcium et les matières formant une matrice semblable.

Entreposage

Ce matériau doit être conservé hermétiquement dans sa bouteille d'origine et entreposé dans un lieu frais. Le contenu doit être bien mélangé par rotation ou agitation de la bouteille avant l'usage. La bouteille doit être fermée hermétiquement immédiatement après l'usage.

Expiration de la certification

Les valeurs certifiées pour le matériau FEBS-1 sont considérées valables jusqu'en avril 2015, à condition que le MRC soit manipulé et entreposé conformément aux directives ci-incluses.

Préparation

Ce matériau provient d'un producteur commercial. Il a été mélangé et embouteillé dans des bouteilles de verre nettoyées d'avance dans une salle propre de classe 100 au Conseil national de recherches du Canada.

Valeur certifiée

Toutes les mesures contribuant à ce certificat ont été prises au CNRC, à Ottawa.

Les valeurs certifiées ont été calculées à partir des moyennes non pondérées de résultats de mesures par spectroscopie de masse à couplage inductif à dilution isotopique (ID-ICP-MS) et par spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique (ETAAS).

Ces deux méthodes comprenaient une étape de préconcentration. On a utilisé une colonne de résine d'iminodiacétate pour l'ICP-MS, tandis qu'on a utilisé de la hydroxy-8 quinoléine immobilisée pour l'ETAAS.

Incertitudes

Les nouvelles lignes directrices destinées aux producteurs de MRC proposent que toutes les sources pertinentes pour l'utilisateur du matériau doivent contribuer à l'incertitude de la valeur certifiée [2-6]. L'évaluation de l'incertitude globale tient compte des incertitudes de caractérisation (u_{char}), des incertitudes liées aux variations entre les bouteilles (u_{hom}) ainsi que des instabilités découlant des effets liés à l'entreposage à long terme et au transport (u_{stab}). Ces composants sont exprimés sous forme d'incertitudes normalisées et combinées ainsi :

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

Les résultats des différents composants de l'incertitude utilisés pour calculer les valeurs certifiées sont indiqués au tableau 2.

Caractérisation

Les incertitudes de caractérisation (u_{char}) ont été calculées selon les équations 2 et 3 [3],

$$u_c(l) = \frac{\sqrt{\sum [u_c]^2}}{l} \quad (2)$$

où $u_c(l)$ est calculée selon la méthode des incertitudes dépendantes et l est le nombre de méthodes.

Puisque les moyennes des méthodes n'étaient pas complètement identiques, on a également considéré une composante résiduelle ($u(R)$) correspondant à l'incertitude normalisée de la moyenne des moyennes des laboratoires :

$$u_c(R) = \frac{S_{\text{betw}}}{\sqrt{l}} \quad (3)$$

où S_{betw} est l'écart type des moyennes des laboratoires. Les composants d'incertitude calculés liés à la caractérisation du matériau CACB-1 sont indiqués au tableau 2.

Homogénéité

Les composants d'homogénéité de l'incertitude des valeurs certifiées ont été dérivés d'échantillons secondaires répétés (0,150 g) provenant de douze bouteilles du matériau CACB-1. Les résultats ont été évalués à l'aide d'ANOVA.

Dans les cas du Cd et du Pb, la situation est décrite par l'équation 4 :

$$s_{betw}^2 < \frac{s_{meas}^2}{n} \quad (4)$$

où s_{meas} est l'écart type de répétabilité pour la méthode utilisée dans l'évaluation de l'homogénéité et n est le nombre d'échantillons répétés par unité.

Dans ces cas, u_{hom} a été calculée à l'aide de l'équation 5 :

$$u_{hom} = \sqrt{\frac{MS_{within}}{n}} \sqrt[4]{\frac{2}{v_{MS_{within}}}} \quad (5)$$

où MS_{within} représente les carrés moyens au sein des groupes et $v_{MS_{within}}$ est le nombre de degrés de liberté. [6]

Le tableau 1 contient le résumé des composants d'incertitude résultants pour l'homogénéité.

Stabilité

On ne prévoit pas d'instabilité dans la teneur en Pb et en Cd du matériau CALC-1, pourvu que le MRC soit manipulé et entreposé conformément aux directives. On continuera toutefois à surveiller ce MRC et on avisera les usagers s'il se produit des irrégularités importantes avant la date d'expiration.

Tableau 2

Source	Incertitude, ng/g	
	Cd	Pb
u_{char}	0.5	7.1
u_{bb}	0.12	1
u_c	0.53	7.2
$U_{CRM} (k=2)$	1.1	14

Valeurs d'information

Le manque de valeurs indépendantes a empêché la certification des éléments indiqués au tableau 3. Les valeurs d'information pour ces éléments analysés sont présentées ci-dessous, ainsi que leurs écarts types associés dérivés des résultats d'échantillons répétés de douze bouteilles du matériau CALC-1.

Tableau 3

	Valeurs, µg/g	
	Moyenne	S.D.
Ba	3.45	0.02
Sr	225	1
Ni	4.33	0.03
Cu	0.35	0.01
Zn	4.88	0.1
Mo	0.4	0.01

Mises à jour

On prévoit pouvoir assigner des valeurs à d'autres éléments à mesure que de nouvelles données sont disponibles.

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, Evaluation of uncertainty of reference materials. *Accred Qual Assur* (2000) 5:95-99.
- [3] J. Pauwels, A. Lamberty, H. Schimmel The determination of the uncertainty of reference materials certified by laboratory intercomparison. *Accred Qual Assur* (1998) 3: 180–184
- [4] A. M.H.van der Veen and J. Pauwels, Uncertainty calculations in the certification of reference materials. 1.Principles of analysis of variance. *Accred Qual Assur* (2000) 5:464–469.
- [5] A. M.H. van der Veen, T. P.J. Linsinger, H. Chimmel, A. Lamberty and J. Pauwels, Uncertainty calculations in the certification of reference materials 4. Characterisation and certification. *Accred Qual Assur* (2001) 6:290–294.
- [6] T.P.J. Linsinger, J. Pauwels, A.M.H. Van der Veen , H. Schimmel, A. Lamberty , Homogeneity and Stability of Reference Materials”, *Accred Qual Assur* (2001), 6: 20-25.

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 préparation et à la certification : C. Scriver, S. Willie, L. Yang.

Certificat délivré en août 2005.
Date d'expiration en avril 2015

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.

Veillez consulter notre site Web à l'adresse
http://inms-ienm.nrc-cnrc.gc.ca/calserv/chemical_metrology_e.html#certified

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
Télé. (613) 993-2451
Courriel crm.inms@nrc-cnrc.gc.ca

Also available in English on request.

Canada