



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

PACS-3

Matériau de référence certifié pour la teneur en métaux totaux et extractibles des sédiments marins.

PACS-3 est un matériau de référence certifié (MRC) pour les sédiments marins préparé au Conseil national de recherches Canada (CNRC) pour la teneur en métaux totaux et extractibles. Une unité de PACS-3 consiste en environ 50 grammes des sédiments marins. Ce matériau est destiné à être utilisé pour l'étalonnage des procédures et le développement de méthodes pour la détermination des métaux traces et des constituants de la matrice dans les sédiments marins et les matériaux ayant des matrices similaires.

Dans les tableaux suivants, nous donnons les constituants pour lesquels des valeurs certifiées, des valeurs informatives ou des valeurs de référence ont été établies pour les sédiments marins constituant ce MRC. L'incertitude élargie (U_{MRC}) des valeurs quantifiées est égale à $U = ku_c$, u_c étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [1] et k étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été appliqué, ce qui correspond à une confiance d'environ 95 %. L'incertitude U_{MRC} tient compte de tous les aspects qui contribuent raisonnablement à l'incertitude de la quantité mesurée. Toutes les valeurs indiquées sont exprimées par la masse sèche.

Tableau 1 : Fractions de masse et incertitude élargie (k=2) pour les métaux totaux dans PACS-3

Élément/ Composé	Fraction massique mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
aluminium (c,d)	65 800 ± 1200	certifiée	MES24
antimoine (a,c)	14,7 ± 2,2	certifiée	TES01
argent (a)	1,10 ± 0,08	référence	TES15
arsenic (b,c)	30,3 ± 2,4	certifiée	TES02
béryllium (b)	1,06 ± 0,12	certifiée	TES03
cadmium (a)	2,23 ± 0,16	certifiée	TES04
calcium (c,d)	18 900 ± 1200	certifiée	MES25
chrome (a,c)	90,6 ± 4,0	certifiée	TES05
cobalt (b)	12,1	information	TES06
civre (a,c)	326 ± 10	certifiée	TES07
fer (c,d)	41 060 ± 640	certifiée	MES26
plomb (a,c)	188,0 ± 7,4	certifiée	TES08
lithium (a,c)	31,9 ± 4,2	certifiée	TES09
magnésium (c,d)	14 020 ± 580	certifiée	MES28

Élément/ Composé	Fraction massique mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
manganèse (b,c)	432 ± 16	certifiée	TES10
mercure (a)	2,98 ± 0,36	certifiée	TES11
molybdène (a)	5,9	information	TES12
nickel (a,c)	39,5 ± 2,2	certifiée	TES13
phosphore (c,d)	937 ± 44	certifiée	MES30
potassium (c,d)	12 530 ± 400	certifiée	MES27
silicium (d)	261 000 ± 34 000	certifiée	MES33
sodium (c)	35 200 ± 3400	certifiée	MES29
soufre (d)	11 700 ± 4400	certifiée	MES31
strontium (a,c)	267 ± 10	certifiée	TES16
tin (a,c)	22,0 ± 2,2	certifiée	TES18
titane (c,d)	4420 ± 180	certifiée	MES32
uranium (a)	2,6	information	--
vanadium (b,c)	129 ± 8	certifiée	TES19
zinc (a,c)	376 ± 12	certifiée	TES20
monobutylétain (en tant que Sn) (e,f)	1,47 ± 0,22	certifiée	TEOMS03
dibutylétain (en tant que Sn) (e,f)	0,631 ± 0,038	certifiée	TEOMS02
tributylétain (en tant que Sn) (e,f)	0,43 ± 0,06	certifiée	TEOMS01

Codes

Les codes font référence aux méthodes expérimentales utilisées pour le dosage de l'analyte.

- a** Spectrométrie de masse à plasma induit à dilution isotopique (ID-ICP-MS)
- b** Spectrométrie de masse à plasma induit par ajout dosé d'étalons (ICP-MS)
- c** Spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par ajout dosé d'étalons (ICP-AES)
- d** Spectrométrie par fluorescence de rayons X à fusion (XRF)
- e** Chromatographie en phase gazeuse ICP-MS à dilution isotopique (ID-GC-ICP-MS)
- f** Chromatographie en phase gazeuse MS à dilution isotopique (ID-GC-MS)

Tableau 2: Valeurs de référence et incertitude élargie (k=2) pour la fraction de masse extractible basée sur l'extraction séquentielle BCR [2] dans PACS-3*

Élément	BCR étape 1, mg/kg	BCR étape 2, mg/kg	BCR étape 3, mg/kg	Résidu BCR, mg/kg
aluminium	198 ± 61	1933 ± 205	2736 ± 266	53 358 ± 4401
antimoine	0,283 ± 0,139	0,164 ± 0,023	0,102 ± 0,013	9,70 ± 1,92
arsenic	1,83 ± 0,43	9,41 ± 0,97	4,58 ± 0,39	13,4 ± 0,7
béryllium	0,071 ± 0,022	0,131 ± 0,037	0,078 ± 0,036	0,538 ± 0,034
cadmium	1,56 ± 0,16	0,378 ± 0,052	0,050 ± 0,009	0,361 ± 0,071
calcium	3427 ± 35	1783 ± 34	387 ± 127	13 031 ± 1189
chrome	0,906 ± 0,093	5,47 ± 0,81	17,6 ± 0,3	51,7 ± 4,2
cobalt	0,835 ± 0,018	1,41 ± 0,12	1,84 ± 0,58	11,0 ± 0,08
cuivre	56,0 ± 7,7	69,8 ± 6,6	124 ± 16	28,5 ± 0,4
étain	0,118 ± 0,032	0,268 ± 0,070	0,215 ± 0,041	16,5 ± 2,3
fer	696 ± 71	6190 ± 463	5314 ± 475	23 291 ± 6583
lithium	2,04 ± 0,61	4,94 ± 0,58	4,09 ± 2,25	16,8 ± 0,6
magnésium	2725 ± 227	973 ± 59	1513 ± 5	8300 ± 836
manganèse	18,9 ± 1,8	30,2 ± 1,3	43,8 ± 6,1	277 ± 24
molybdène	0,080 ± 0,076	0,178 ± 0,08	0,740 ± 0,195	3,74 ± 0,22
nickel	3,30 ± 0,32	3,93 ± 0,49	7,02 ± 0,65	20,4 ± 1,6
phosphore	13,5 ± 1,3	588 ± 38	143 ± 14	229 ± 14
plomb	16,8 ± 1,8	122 ± 9	9,48 ± 4,50	28,3 ± 4,6
potassium	1267 ± 29	549 ± 130	168 ± 30	9753 ± 566
sélénium	0,026 ± 0,010	0,033 ± 0,002	1,05 ± 0,25	0,067 ± 0,012
sodium	18243 ± 197	473 ± 22	155 ± 15	13 552 ± 1988
soufre	2889 ± 35	169 ± 9	8044 ± 286	570 ± 66
strontium	30,9 ± 2,9476	18,7 ± 5	3,86 ± 0,38	222 ± 33
thallium	0,027 ± 0,003	0,116 ± 0,008	0,092 ± 0,013	0,285 ± 0,044
uranium	0,137 ± 0,035	0,246 ± 0,063	1,17 ± 0,31	0,841 ± 0,160
vanadium	3,95 ± 0,50	22,3 ± 1,2	6,27 ± 1,21	80,2 ± 5,0
zinc	204 ± 2	89,8 ± 6,7	36,8 ± 6,5	51,2 ± 3,5

*BCR étape 1 : fraction échangeable; BCR étape 2 : fraction réductible; BCR étape 3 : fraction oxydable; BCR résidu : résidu de l'étape 3. Rapport complet et données de la réf [2].

Tableau 3: Valeurs de référence et incertitude élargie (k=2) pour la fraction de masse extractible basée sur l'extraction séquentielle de Tessier [3] dans PACS-3*

Élément	Tessier étape 1, mg/kg	Tessier étape 2, mg/kg	Tessier étape 3, mg/kg	Tessier étape 4, mg/kg	Résidu de Tessier, mg/kg
antimoine	0,046 ± 0,016	0,223 ± 0,009	0,442 ± 0,399	0,079 ± 0,049	13,0 ± 1,3
arsenic	0,093 ± 0,034	0,363 ± 0,016	10,0 ± 0,2	1,87 ± 0,25	18,5 ± 3,9
béryllium	<0,004	0,032 ± 0,004	0,176 ± 0,05	0,030 ± 0,002	0,750 ± 0,035
cadmium	<0,02	1,18 ± 0,33	0,910 ± 0,356	0,085 ± 0,078	0,098 ± 0,06
chrome	0,133 ± 0,056	0,917 ± 0,213	20,8 ± 2,3	11,6 ± 1,9	66,1 ± 8,5
cuivre	4,15 ± 0,83	27,8 ± 7,5	20,6 ± 4,2	223 ± 21	42,2 ± 5,3
étain	<0,01	<0,01	1,89 ± 0,10	<0,01	24,4 ± 7,9
fer	4,05 ± 3,31	340 ± 214	7353 ± 421	4907 ± 539	24 482 ± 327
lithium	0,518 ± 0,012	0,277 ± 0,083	7,76 ± 0,88	2,37 ± 0,03	19,3 ± 4,9
manganèse	2,33 ± 0,27	6,55 ± 1,31	49,3 ± 8,0	38,2 ± 1,3	299 ± 39
nickel	0,247 ± 0,080	1,40 ± 0,07	10,6 ± 2,5	4,55 ± 0,73	24,7 ± 4,2
plomb	0,919 ± 0,330	37,5 ± 12,3	118 ± 26	22,9 ± 2,4	36,1 ± 8,2
sélénium	0,024 ± 0,008	0,039 ± 0,011	<0,02	0,888 ± 0,254	0,232 ± 0,005
strontium	28,1 ± 2,5	11,3 ± 1,9	15,1 ± 1,2	4,08 ± 0,28	174 ± 103
uranium	<0,01	0,584 ± 0,047	0,555 ± 0,211	0,328 ± 0,284	1,17 ± 0,27
vanadium	0,273 ± 0,310	0,591 ± 0,207	38,3 ± 5,5	4,14 ± 0,48	95,9 ± 19,1
zinc	17,2 ± 1,2	140 ± 19	168 ± 38	33,4 ± 3,4	72,0 ± 10,2

*Tessier étape 1 : fraction échangeable; Tessier étape 2 : fraction liée aux carbonates; Tessier étape 3 : fraction liée aux oxydes de Fe-Mn; Tessier étape 4 : fraction liée aux matières organiques et aux sulfures; Tessier résidu : résidu de l'étape 4. Rapport complet et données de la réf [3].

Reconnaissance internationale des aptitudes en matière de mesure

Les capacités de mesure sur lesquelles reposent les présents résultats sont enregistrées dans la base de données des Capacités de mesure et d'étalonnage (CMC) du Bureau international des poids et mesures (BIPM), signifiant la reconnaissance des certificats de mesure des instituts nationaux de métrologie (INM) participant à l'Arrangement de reconnaissance mutuelle (ARM) avec les identifiants correspondants. La liste de toutes les capacités de mesures enregistrées pour les matrices alimentaires peut être consultée dans la base de données du BIPM, à l'adresse suivante: <https://www.bipm.org/kcdb/>

Valeurs certifiées

Les valeurs certifiées sont celles que le CNRC considère comme les plus fiables en ce qui a trait à l'exactitude. Pour les établir, toutes les sources connues ou présumées d'erreur

systematique et on les a incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont la meilleure estimation de la valeur réelle et de l'incertitude.

Valeurs de référence

Les valeurs de référence sont des valeurs non certifiées pour lesquelles il n'y a pas suffisamment de données disponibles pour fournir une estimation exhaustive de l'incertitude permettant leur certification complète.

Valeurs informatives

Les valeurs informatives sont celles pour lesquelles il n'y a pas suffisamment de données disponibles pour fournir une estimation de l'incertitude.

Utilisation prévue

Le présent matériau de référence est principalement destiné à être utilisé pour l'étalonnage de procédures et le développement de méthodes de dosage de traces de composant et des constituants de la matrice pour la teneur en métaux totaux et extractibles dans des sédiments marins ou des matériaux contenant des matrices similaires. Il est recommandé d'utiliser un échantillon d'une masse minimale de 250 mg.

Entreposage et prélèvement d'échantillons

Il est recommandé de stocker le matériau dans un endroit frais. Chaque bouteille est emballée dans un sachet en pellicule triple épaisseur, qui sert de barrière imperméable à la vapeur de mercure. Dans des conditions ambiantes de concentrations élevées de vapeur de mercure, celui-ci peut traverser le bouchon en matière plastique de la bouteille et contaminer son contenu. Il faut bien mélanger le contenu de la bouteille en la tournant et en la secouant avant de l'utiliser. Il faut bien la refermer immédiatement après usage. Les valeurs certifiées sont basées sur un sous-échantillon minimal de 250 mg prélevé dans la bouteille. Pour assurer la stabilité des composés du butylétain présents dans le PACS-3, il est nécessaire de le stocker à une température de 4 °C ou moins.

Directives de séchage

Bien qu'initialement exempts d'humidité suite à la lyophilisation, les matériaux ont adsorbé de l'humidité au cours des opérations ultérieures. Une aliquote de l'échantillon désigné doit être séchée à masse constante pour la détermination de l'humidité. Il est recommandé de procéder à un séchage pendant plusieurs heures à 105 °C, ce qui est une méthode relativement simple pour obtenir à une masse sèche pour la plupart des usages. La teneur en humidité du PACS-3 est d'environ 0,02 g/g.

Préparation du matériau

Le matériau pour le PACS-3 a été recueilli dans le port d'Esquimalt (C.-B.). Il a été lyophilisé, passé au tamis n° 120 (125 µm), mélangé et mis en bouteille par le personnel de l'Institut dans les installations du Centre canadien de la technologie des minéraux et de l'énergie à Ottawa. Après l'embouteillage, les échantillons ont été stérilisés par irradiation avec une dose minimale de 25 kGy par le Centre d'excellence en irradiation de Nordion (Laval, Québec, Canada) afin de réduire au minimum tout effet dû à une activité biologique.

Stabilité

Le MRC précédent, PACS-2, a été analysé périodiquement pendant plus de dix ans, et il a été montré qu'il a été stable à la fois physiquement et chimiquement pendant ce laps de temps. Nous nous attendons à des résultats similaires pour le PACS-3. Des composantes de l'incertitude due à la stabilité à court et à long terme ont été jugées négligeables et ne sont donc pas incluses dans le bilan des incertitudes.

Homogénéité

Le PACS-3 a fait l'objet d'un essai d'homogénéité au CNRC. Les résultats obtenus sur des sous-échantillons (250 mg) ont été évalués en utilisant le modèle à effets aléatoires de DerSimonian-Laird et inclus dans le calcul des valeurs certifiées [4].

Incertainitude

L'estimation de l'incertitude combinée (u_c) comprend les incertitudes dues à la caractérisation du lot (u_{car}), à la variation possible d'une bouteille à l'autre (u_{hom}) et aux variations entre les diverses méthodes de mesure ($u_{méthode}$). Cette dernière, estimée comme étant l'hétérogénéité du modèle des effets aléatoires ajusté aux résultats des méthodes individuelles, est également connue sous le nom d'incertitude noire. [5,6] Exprimées en termes d'incertitude-type, ces composantes sont données dans le tableau 4.

Tableau 4 : Composantes d'incertitude pour la fraction massique des métaux totaux métaux dans PACS-3

Élément/ Composé	u_c mg/kg	u_{car} mg/kg	u_{hom} mg/kg	$u_{méthode}$ mg/kg
aluminium	600	500	300	0
antimoine	1,1	1,0	0,4	0,0
argent	0,04	0,01	0,04	0,00
arsenic	1,2	1,0	0,6	0,0
béryllium	0,06	0,04	0,05	0,00
cadmium	0,08	0,07	0,03	0,00
calcium	600	600	100	0
chrome	2,0	1,4	1,4	0,0
cuivre	5	4	3	0
étain	1,1	1,0	0,5	0,0
fer	320	180	270	0
lithium	2,1	0,6	0,7	1,9
magnésium	290	280	80	0
manganèse	8	5	1	6
mercure	0,18	0,16	0,09	0,00
nickel	1,1	0,8	0,8	0,0
phosphore	22	22	3	0
plomb	3,7	2,3	2,9	0,0
potassium	200	100	80	160

Élément/ Composé	u_c mg/kg	u_{car} mg/kg	u_{hom} mg/kg	$u_{méthode}$ mg/kg
silicium	17 000	17 000	1000	0
sodium	17 000	1700	400	0
soufre	2200	2200	100	0
strontium	5	2	4	3
titane	0,009	0,009	0,003	0,000
vanadium	4	4	1	0
zinc	6	5	4	0
monobutylétain	0,11	0,04	0,10	0,00
dibutylétain	0,019	0,014	0,013	0,000
tributylétain	0,03	0,02	0,02	0,00

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans le présent certificat sont rattachables au SI grâce à des étalons de pureté établie préparés par gravimétrie, de MRC et de comparaisons internationales de mesures. À ce titre, ils constituent des matériaux de référence appropriés pour des programmes d'assurance de la qualité de laboratoires, comme il est décrit dans la norme ISO/IEC 17025.

Système de gestion de la qualité (ISO 17034, ISO/IEC 17025)

Ce matériel a été produit conformément au Système de gestion de la qualité de Métrologie du CNRC, qui est conforme aux exigences des normes ISO 17034 et ISO/IEC 17025. Le Système de gestion de la qualité de Métrologie qui appuie les aptitudes en matière de mesures et d'étalonnages du CNRC, tel qu'il est indiqué dans la base de données des comparaisons clés du Bureau international des poids et mesures (BIPM) (http://kcdb.bipm.org/default_fr.asp), a été examiné et approuvé sous l'autorité du Système interaméricain de métrologie (SIM) et s'est avéré conforme aux attentes de l'Arrangement de reconnaissance mutuelle du Comité international des poids et mesures (CIPM). L'approbation SIM est disponible sur demande.

Mises à jour

Les utilisateurs devraient s'assurer que le certificat en leur possession est à jour. Tout nouveau renseignement sera affiché sur notre site Web, à l'adresse suivante : www.cnrc.gc.ca/mrc.

Références

1. Evaluation of measurement data: Guide to the expression of uncertainty in measurement, JCGM 100:2008.
2. Kumkrong P, Mercier PHJ, Pihilligawa IG, Mihai O, Tyo DD, Cindy J, Kingston DM, Mester Z (2021) Determination of 27 metals in HISS-1, MESS-4 and PACS-3 marine sediment certified reference materials by the BCR sequential extraction. *Talanta*, 221: 121543 <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2020.121543>
3. Kumkrong P, Mihai O, Mercier PHJ, Pihilligawa IG, Tyo DD, Mester Z (2021) Tessier sequential extraction on 17 elements from three marine sediment certified reference materials (HISS-1, MESS-4, and PACS-3). *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 413: 1047-1057 <https://doi.org/10.1007/s00216-020-03063-z>

4. DerSimonian R, Laird N (1986) Meta-analysis in clinical trials. *Controlled Clinical Trials*, 7: 177-188. [https://doi.org/10.1016/0197-2456\(86\)90046-2](https://doi.org/10.1016/0197-2456(86)90046-2)
5. Possolo A, Toman B (2007) Assessment of measurement uncertainty via observation equations. *Metrologia*, 44: 464-475. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/44/6/005>
6. Thompson M, Ellison SLR (2011) Dark uncertainty. *Accreditation and Quality Assurance*, 16: 483-487. <https://doi.org/10.1007/s00769-011-0803-0>

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant le PACS-3 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2013.pacs-3.

Auteurs

Scott Willie¹, Victor Boyko¹, Christine Brophy¹, Vincent Clancy¹, Indu Gedara Pihillagawa¹, Patricia Grinberg¹, Paramee Kumkrong¹, Patrick H.J. Mercier¹, Ovi Mihai¹, Daniel D. Tyo¹, Cindy Jiang¹, David M. Kingston¹, Paulette Maxwell¹, Juris Meija¹, Zoltan Mester¹, Ralph Sturgeon¹, Lu Yang¹.

¹ Conseil national de recherches Canada, 1200 chemin de Montréal, Ottawa (Ontario) K1A 0R6, Canada

Citation

Willie S, Boyko V, Brophy C, Clancy V, et al. PACS-3: Matériau de référence certifié pour la teneur en métaux totaux et extractibles des sédiments marins. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2013. Disponible à l'adresse suivante : doi.org/10.4224/crm.2013.pacs-3.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

PACS-3

Date de publication : octobre 2013

Date d'expiration : octobre 2033

Révisé : avril 2015, mars 2016 (modifications rédactionnelles), mai 2018 (date d'expiration prolongée), juin 2021 (valeurs liées à l'extraction Tessier et BCR ajoutées, date d'expiration prolongée, modifications rédactionnelles)

Approuvée par :



Zoltan Mester, Ph.D.
Chef d'équipe, Métrologie chimique - Inorganique
Métrologie CNRC

Ce certificat n'est valide que si le matériau correspondant a été obtenu directement du CNRC ou d'un revendeur autorisé.

Conseil national de recherches Canada
Métrologie
1200 chemin de Montréal
Édifice M36, Pièce 1029
Ottawa (Ontario) K1A 0R6

Téléphone : 613-993-2359
Télécopieur : 613-993-8915
Courriel CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca

