



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

ELED-1

Étalon isotopique de plomb à atomes égaux

ELED-1 est un matériau de référence certifié (MRC) de plomb isotopique de pureté élevée. Une unité d'ELED-1 consiste en 1 mL de solution de plomb à 100 mg/kg dans de HNO_3 à 2 % qui a été préparée en mélangeant des matériaux isotopiques de plomb séparés pour obtenir un rapport approximatif de 1 : 1 : 1 : 1 de plomb-204, plomb-206, plomb-207 et de plomb-208. Ce matériau est destiné à servir d'étalon isotopique du plomb. Des valeurs certifiées pour la composition isotopique et le poids atomique du plomb ont été établies pour ce MRC. Ces valeurs sont listées dans le tableau 1. Les valeurs certifiées sont basées sur des mesures effectuées au Conseil national de recherches Canada (CNRC). L'incertitude élargie (U_{MRC}) des valeurs certifiées est égale à ku_c où u_c est l'incertitude standard combinée calculée selon les guides du JCGM [1] et protocoles [2] et k est le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été appliqué, ce qui correspond à une confiance d'environ 95 %.

Tableau 1 : Valeurs quantitatives certifiées et incertitudes élargies ($k=2$) de la masse atomique, des abondances isotopiques, et des rapports isotopiques du plomb pour ELED-1

Quantité	Valeur	Incertainitude étendue	Unité
Masse atomique du plomb, $A_r(\text{Pb})$	206,2450	0,0004	1
Abondance isotopique, $x(^{204}\text{Pb})$	0,246 75	0,000 12	mol/mol
Abondance isotopique, $x(^{206}\text{Pb})$	0,251 75	0,000 06	mol/mol
Abondance isotopique, $x(^{207}\text{Pb})$	0,239 58	0,000 08	mol/mol
Abondance isotopique, $x(^{208}\text{Pb})$	0,261 92	0,000 11	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{204}\text{Pb})/n(^{206}\text{Pb})$	0,980 15	0,000 59	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{207}\text{Pb})/n(^{206}\text{Pb})$	0,951 67	0,000 36	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{208}\text{Pb})/n(^{206}\text{Pb})$	1,040 43	0,000 52	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{204}\text{Pb})/n(^{207}\text{Pb})$	1,029 92	0,000 72	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{206}\text{Pb})/n(^{207}\text{Pb})$	1,050 78	0,000 40	mol/mol
Rapport isotopique, $n(^{208}\text{Pb})/n(^{207}\text{Pb})$	1,093 27	0,000 69	mol/mol

La composition isotopique du plomb (tableau 1) a été déterminée par la spectrométrie de masse à couplage inductif avec multi-collecteur (MC-ICPMS) en utilisant deux méthodes d'étalonnage indépendantes : (1) la méthode gravimétrique de mélange isotopique basée sur l'utilisation de quatre isotopes de plomb de haute pureté et (2) la méthode de régression avec l'étalon isotopique de thallium NIST SRM 997 comme calibrateur. Les deux méthodes d'étalonnage donnent des résultats cohérents [3].

Les masses atomiques des isotopes du plomb sont tirées de l'évaluation des masses atomiques de 2016 [4]. La masse molaire, $M(\text{Pb})$, et le poids atomique du plomb, $A_r(\text{Pb})$, sont liés comme $M(\text{Pb}) = A_r(\text{Pb})M_u$, où M_u est la constante de masse molaire, $M_u = 1 \text{ g/mol}$ avec une incertitude négligeable.

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 systématique 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.

Utilisation prévue

Ce matériau de référence certifié est destiné à être utilisé comme étalon isotopique du plomb, en particulier pour l'analyse isotopique du plomb par la technique du double spike.

Entreposage

Il est recommandé de conserver le matériel à température ambiante et de n'ouvrir les flacons qu'immédiatement avant l'utilisation, dans une zone propre, en prenant des précautions contre la contamination.

Préparation du matériau

Le matériau de référence a été préparé à partir d'isotopes de plomb séparés sous forme métallique. La pureté chimique du plomb-206 a été déterminée par spectrométrie de masse à décharge luminescente (GDMS) au NRC [5], tandis que la pureté des autres isotopes a été déterminée par ICPMS à haute résolution, donnant les puretés chimiques suivantes (fraction massique du plomb) : 0,999 43 kg/kg (plomb-204), 0,999 95 kg/kg (plomb-206), 0,999 54 kg/kg (plomb-207) et 0,999 85 kg/kg (plomb-208) [3]. Ensuite, les isotopes de plomb ont été nettoyés avec du HNO_3 à 5 %, rincés à l'eau et séchés sous une hotte de classe 10 avant leur dissolution quantitative dans du HNO_3 à 30 %. Des aliquotes appropriées de solutions mères ont ensuite été pesées et mélangées pour obtenir un rapport approximatif de 1 : 1 : 1 : 1 entre le plomb-204, plomb-206, plomb-207 et le plomb-208 dans la solution finale dans la solution finale. Les solutions ont été mises en bouteille dans des flacons en plastique de 4 mL pré-nettoyés à l'acide. Chaque flacon contient 1 mL de solution avec une fraction massique de plomb d'environ 100 mg/kg de HNO_3 à 2 %.

Stabilité

Les instabilités potentielles dues au stockage et au transport à long terme ont été prises en compte, et ces effets ont été jugés négligeables sur la composition isotopique du matériau. Le matériau est considéré comme stable par rapport aux valeurs certifiées pendant dix ans.

Homogénéité

Le matériau est considéré comme homogène en ce qui concerne la composition isotopique du plomb.

Incertitude

L'estimation de l'incertitude combinée globale comprend les incertitudes de la caractérisation du lot qui incluent les normes primaires, le modèle d'étalonnage et la répétabilité des mesures.

Traçabilité métrologique

Les résultats de la composition isotopique présentés dans ce certificat sont traçables au SI grâce à deux méthodes d'étalonnage indépendantes. La méthode des mélanges gravimétriques implique l'évaluation de la pureté de quatre matériaux isotopiques du plomb disponibles sous forme métallique et la préparation gravimétrique de mélanges 1 : 1 de ces matériaux par paires [3,5]. Ces mélanges isotopiques servent à calibrer la réponse du MC-ICPMS. Indépendamment, la méthode de régression avec l'étalon isotopique de thallium NIST SRM 997 [6,7] a également été utilisée pour calibrer la réponse du MC-ICPMS [8]. En tant que tel, le ELED-1 sert de matériau de référence adéquat pour des programmes d'assurance de qualité de laboratoires, tel que souligné dans 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. Meija J, Mester Z (2008) Uncertainty propagation of atomic weight measurement results. *Metrologia* 45: 53-62
3. Tong S, Meija J, Zhou L, Methven B, Mester Z, Yang L (2019) High-precision measurements of the isotopic composition of common lead using MC-ICPMS: comparison of calibration strategies based on full gravimetric isotope mixture and regression models. *Anal. Chem.* 91: 4164-4171
4. Wang M, Audi G, Kondev F, Huang W, Naimi S, Xu X (2017) The AME2016 atomic mass evaluation. *Chinese Phys.* 41: 03003
5. Sturgeon RE, Methven B, Willie SN, Grinberg P. (2014) Assignment of purity to primary metal calibrants using a unit-cell VG 9000 glow discharge mass spectrometer - a primary method with direct traceability to the SI international system of units? *Metrologia* 51: 410-422

6. Dunstan LP, Gramlich JW, Barnes IL, Purdy WC (1980) Absolute Isotopic Abundance and the Atomic Weight of a Reference Sample of Thallium. *J. Res. Natl. Bur. Stand.* 85: 1-10
7. NIST SRM 997: Isotopic Standard for Thallium, 23 Jul 1986
8. Yang L, Tong S, Zhou L, Zhaochu H, Mester Z, Meija J (2018) A critical review on isotopic fractionation correction methods for accurate isotope amount ratio measurements by MC-ICP-MS. *J. Anal. At. Spectrom.* 33: 1849-1861

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant l'ELED-1 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2021.eled-1.

Auteurs

Juris Meija¹, Brad Methven¹, Shuoyun Tong², Patricia Grinberg¹, Zoltán Mester¹, et Lu Yang¹

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

² Laboratoire d'État des processus géologiques et des ressources minérales, Université de Géosciences de Chine, Wuhan 430074, RP Chine

Citation

Meija J, Methven B, Tong S, Grinberg P, Mester Z, et Yang L. ELED-1 : Étalon isotopique de plomb à atomes égaux. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2021. Disponible à l'adresse suivante : [doi:10.4224/crm.2021.eled-1](https://doi.org/10.4224/crm.2021.eled-1).

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

ELED-1

Date de publication : mars 2021

Date d'expiration : mars 2031

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

