



# Certificat d'analyse

## Matériau de référence certifié

---

### HIPC-1

Matériau de référence certifié de carbone de pureté élevée pour la fraction massique du carbone, le delta isotopique du carbone et les impuretés élémentaires

Le HIPC-1 est un matériau de référence certifié (MRC) à base de carbone de pureté élevée. Une unité de HIPC-1 est constituée d'environ 0,25 g de tige de carbone de pureté élevée. Ce matériau est destiné à servir d'étalon primaire pour la détermination de la fraction massique du carbone et pour les mesures du delta isotopique du carbone.

Des valeurs certifiées pour la fraction massique du carbone, le delta isotopique du carbone et des impuretés élémentaires ont été établies pour le HIPC-1. Ces valeurs sont données dans les tableaux 1-2. Les valeurs certifiées pour la fraction massique du carbone et des impuretés élémentaires sont basées sur des mesures effectuées au Conseil national de recherches du Canada (CNRC). La valeur certifiée pour le delta isotopique du carbone a été déterminée en combinant les résultats des mesures de trois laboratoires experts participants, dont le CNRC, en utilisant le modèle statistique des effets aléatoires de laboratoire. L'incertitude élargie ( $U_{MRC}$ ) des valeurs certifiées est égale à  $U_{MRC} = k u_c$ , où  $u_c$  étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide JCGM [1] et  $k$  étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux ( $k = 2$ ) a été appliqué, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %.

**Tableau 1: Valeur quantitative certifiée et incertitude élargie ( $k = 2$ ) de la fraction massique du carbone et du delta isotopique du carbone dans HIPC-1**

Quantité	Valeur	Incertitude élargie
Fraction massique du carbone, $w(C)$	0,999 89 kg/kg	0,000 27 kg/kg
Delta isotopique du carbone, $\delta_{VPDB}(^{13}C)$	-26,32 ‰	0,11 ‰

La fraction massique du carbone a été calculée en utilisant l'expression mathématique suivante:

$$w(C) = 1 - \sum_E w(E)$$

Où E fait référence aux éléments indiqués dans le tableau 2. D'autres éléments tels que l'hydrogène, les gaz nobles ou tout autre élément ne figurant pas dans le tableau 2 n'ont pas été pris en compte dans l'estimation de la pureté.

La valeur certifiée du delta isotopique du carbone dans HIPC-1 est exprimée sur l'échelle Vienna Pee Dee Belemnite (VPDB) avec une valeur de -46,6 ‰ attribuée au LSVEC et +1,95 ‰ au NBS19 [2].

**Tableau 2: Valeurs quantitatives certifiées et incertitudes élargies ( $k = 2$ ) des fractions massiques des impuretés élémentaires pour HIPC-1 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )**

Impureté élémentaire, E	Fraction massique, w(E)	Incertitude étendue	Impureté élémentaire, E	Fraction massique, w(E)	Incertitude étendue
Li	<8	19	Pd	<150	380
Be	<3	8	Ag	<24	61
B	1500	1800	Cd	<13	6
C	Matrice		In	<13	33
N	21 000	211 000	Sn	<110	270
O	45 000	139 000	Sb	<35	28
F	<4200	10 800	Te	<40	360
Na	680	3200	I	<9	22
Mg	<360	200	Cs	<39	22
Al	340	1000	Ba	<33	18
Si	5700	78 400	La	<5	6
P	90	490	Ce	<11	9
S	6700	6700	Pr	<9	24
Cl	2100	2100	Nd	<35	89
K	<2400	1400	Sm	<47	24
Ca	14 100	24 000	Eu	<12	11
Sc	<14	8	Gd	<39	19
Ti	<86	51	Tb	<9	24
V	<6	4	Dy	<35	21
Cr	<1700	1000	Ho	<9	24
Mn	<60	39	Er	<28	72
Fe	600	1800	Tm	<10	25
Co	<11	7	Yb	<30	76
Ni	<28	19	Lu	<10	25
Cu	6800	32 600	Hf	<62	50
Zn	<350	730	Ta	<300	770
Ga	<57	34	W	<91	50
Ge	<40	120	Re	<70	170
As	90	330	Os	<160	400
Se	<150	90	Ir	<110	280
Br	<170	430	Pt	<60	170
Rb	<70	60	Au	<180	460
Sr	<100	70	Hg	<310	160
Y	<6	3	Tl	<26	67
Zr	<10	120	Pb	<60	50
Nb	<14	35	Bi	<16	42
Mo	<67	40	Th	<45	27
Ru	<130	330	U	<45	25
Rh	<50	510			

Le tableau 2 indique les quantités mesurées dans HIPC-1. Les impuretés élémentaires du carbone ont été déterminées par spectrométrie de masse à décharge lumineuse (SMDL) en utilisant des modèles de mesure et des méthodes de traçabilité dans le Système International d'unités (SI) grâce à un réseau de MRC [3,4]. Afin d'estimer la fraction massique (pureté) du carbone, nous avons attribué à toutes les impuretés élémentaires dont la teneur était inférieure à la limite de détection une valeur égale à la moitié de cette limite (par exemple, '<8 µg/kg' pour le lithium est interprété comme 4 µg/kg). Un estimateur robuste (médiane) a été utilisé pour résumer les valeurs observées dans les 15 unités rapportées dans le tableau 2.

### **Données complémentaires**

Les feuilles de données complémentaires (disponibles auprès de [doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1)) fournissent les résultats sur les impuretés élémentaires des unités de MRC analysées, la masse et la quantité chimique de carbone dans une unité donnée ainsi que la masse des unités individuelles et leurs incertitudes élargies. Le numéro de série correspondant à chaque unité est inscrit sur le flacon de verre de HIPC-1.

### **Valeurs certifiées**

Les valeurs certifiées sont celles que le CNRC considère comme étant les plus fiables en ce qui a trait à l'exactitude. Pour les établir, toutes les sources connues ou présumées d'erreur systématique ont été prises en compte et incluses dans les incertitudes élargies rapportées. Les valeurs certifiées sont les meilleures estimations de la valeur réelle et de l'incertitude.

### **Utilisation prévue**

Il est recommandé d'utiliser une technique d'échantillonnage solide pour la détermination de la fraction massique du carbone.

Les fractions massiques des impuretés rapportées sur le présent certificat ne sont pas destinées à des fins d'étalonnage. Ces données sont présentées pour permettre aux utilisateurs de calculer/dériver la pureté et d'évaluer l'impact des impuretés concomitantes quand une solution étalon de plusieurs éléments est préparée. Toutefois, si les valeurs d'impureté sont utilisées dans une mesure (diffraction des rayons X, ablation au laser, etc.), il convient de prendre des précautions appropriées pour éliminer toute contamination de surface.

Pour les mesures du delta isotopique du carbone, HIPC-1 est destiné à être utilisé avec au moins un autre matériau de référence pour étalonner les mesures du delta isotopique du carbone à l'échelle VPDB. Une masse minimale d'échantillon de 100 µg est recommandée.

### **Entreposage**

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

### **Préparation du matériau**

Le HIPC-1 a été préparé à partir d'une tige de carbone de pureté élevée de 3 mm de diamètre. Il a été coupé en morceaux de 0,25 g et de 20 mm de long à l'aide d'une lame en Téflon et mis en bouteille dans des flacons de verre de 4 mL remplis d'argon.

## Stabilité

Les instabilités potentielles dues à l'entreposage à long terme et au transport ont été prises en compte, et de tels effets sont jugés négligeables pour la composition isotopique et la pureté du matériau. Les valeurs certifiées de ce matériau sont jugées stables pendant dix ans.

## Homogénéité

Pour la fraction massique du carbone, l'homogénéité de ce matériau a été testée au CNRC en analysant 15 unités MRC. Consulter [doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1) pour obtenir les données sur chacune de ces unités.

Pour les mesures du delta isotopique du carbone, l'homogénéité de ce matériau a été évaluée en analysant 30 unités MRC. L'incertitude due à l'homogénéité a été évaluée en utilisant un modèle bayésien à effets aléatoires et a été incluse dans le budget d'incertitude.

## Incertitude

L'estimation globale de l'incertitude standard combinée ( $u_c$ ) pour les mesures de la fraction massique du carbone, des impuretés élémentaires et du delta isotopique du carbone couvre les incertitudes dues à la caractérisation du lot ( $u_{car}$ ) et les incertitudes liées à une éventuelle variation entre les unités ( $u_{hom}$ ). Pour la fraction massique du carbone et des impuretés élémentaires, les sources d'incertitude considérées pour la caractérisation du lot comprennent les étalons primaires, le modèle d'étalonnage et la répétabilité des mesures. Pour le delta isotopique du carbone, ces composantes sont  $u_c = 0,05 \text{ ‰}$ ,  $u_{car} = 0,026 \text{ ‰}$ , et  $u_{hom} = 0,047 \text{ ‰}$ .

## Traçabilité métrologique

Les résultats sur les impuretés élémentaires et la fraction massique du carbone (pureté) présentés dans le présent certificat sont traçables au SI grâce à un réseau de MRC [3,4] appuyé par des comparaisons de mesures au niveau international. En tant que tel, HIPC-1 sert de matériau de référence adéquat pour des programmes d'assurance qualité en laboratoires, tel que souligné dans ISO/IEC 17025.

Le Comité international des poids et mesures (CIPM) a noté que les mesures du delta isotopique qui ne peuvent pas actuellement être tracées au SI devraient être tracées à des matériaux reconnus comme des normes internationales par la Commission de l'UICPA sur les abondances isotopiques et les poids atomiques. La valeur du delta isotopique du carbone dans le HIPC-1 est traçable à de tels matériaux de référence internationalement reconnus [5] (Tableau 3) et sert de matériau de référence approprié pour les programmes d'assurance de la qualité des laboratoires, comme indiqué dans la norme ISO/IEC 17025.

Les incertitudes standard associées à IAEA-CH-6, USGS65, IAEA-600, NBS22 et USGS61 ont été révisées en ajoutant l'incertitude associée à la cohérence entre les matériaux de référence ( $u = 0,029 \text{ ‰}$ ) [6] à leurs incertitudes standard rapportées [5,7-9]. De plus, les IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611 et IAEA-612 ont été utilisés comme calibrateurs. Cependant, les valeurs delta isotopiques de ces matériaux sont certifiées par rapport au VPDB sans référence au LSVEC [10,11]. Par conséquent, ces valeurs ont été converties à l'échelle VPDB telle que définie par NBS19 et LSVEC [12]. La réévaluation d'IAEA-603, IAEA-610, IAEA-611 et IAEA-612 n'a pas inclus l'incertitude supplémentaire susmentionnée en raison du manque de cohérence [6], car cette série de matériaux de référence a été étalonnée indépendamment des autres matériaux de référence reconnus au niveau international.

**Tableau 3: Valeurs delta réassignées des isotopes du carbone et incertitudes standard associées pour les matériaux de référence utilisés pour calibrer HIPC-1**

Matériau de référence	$\delta_{VPDB}^{13C}$
IAEA-CH-6	-10,450(49) ‰
USGS65	-20,290(49) ‰
IAEA-600	-27,770(49) ‰
NBS22	-30,030(58) ‰
USGS61	-35,050(49) ‰
IAEA-603	+2,474(23) ‰
IAEA-610	-9,145(19) ‰
IAEA-611	-30,925(21) ‰
IAEA-612	-36,878(26) ‰
NBS19	+1,95 ‰

### 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](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 CIPM. L'approbation SIM est disponible sur demande.

### Mises à jour

Pour les mises à jour, veuillez-vous consulter le site: [doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1).

### Références

1. Evaluation of Measurement Data – Guide to the expression of uncertainty in measurement JCGM 100:2008. <https://www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications>
2. Coplen, T. B., Brand, W. A., Gehre, M., Gröning, M., Meijer, H. A. J., Toman, B., and Verkouteren, R. M. (2006). New Guidelines for  $\delta^{13}C$  Measurements. *Anal. Chem.* 78(7): 2439-2441. <https://doi.org/10.1021/ac052027c>
3. Grinberg, P., Methven, B. A. J., Swider, K., and Mester, Z. (2021) Determination of Metallic Impurities in Carbon Nanotubes by Glow Discharge Mass Spectrometry. *ACS Omega.* 6(35): 22717–22725. DOI: <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c03013>
4. Sturgeon, R. E., Methven, B., Willie, S. N., and Grinberg, P. (2014). Assignment of purity to primary metal calibrants using pin-cell VG 9000 glow discharge mass spectrometry: a primary method with direct traceability to the SI international system of units? *Metrologia* 51(5): 410-422. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/51/5/410>
5. Brand, W. A., Coplen, T. B., Vogl, J., Rosner, M., and Prohaska, T. (2014). Assessment of international reference materials for isotope-ratio analysis (IUPAC Technical Report). *Pure Appl. Chem.* 86(3): 425-467. <https://doi.org/10.1515/pac-2013-1023>

6. Chartrand, M. M. G., Meija, J., Kumkrong, P., and Mester, Z. (2019). Three certified sugar reference materials for carbon isotope delta measurements. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 33(3): 272-280. <https://doi.org/10.1002/rcm.8357>
7. International Atomic Energy Agency (2007). NBS 22, IAEA-CH-3, IAEA-CH-6, IAEA-CH-7, USGS24 reference sheet. <https://bit.ly/3lfrbXP>
8. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Materials USGS61, USGS62 and USGS63 (Hydrogen, Carbon and Nitrogen Isotopes in Caffeine). <https://isotopes.usgs.gov/lab/referencematerials/USGS61-USGS62-USGS63.pdf>
9. US Geological Survey (2019). Report of Stable Isotopic Composition Reference Materials USGS64, USGS65, USGS66 (Carbon and Nitrogen Isotopes in Glycine). <https://isotopes.usgs.gov/lab/referencematerials/USGS64-USGS65-USGS66.pdf>
10. Assonov, S., Groening, M., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., and Hillaire-Marcel, C. (2020). Preparation and characterisation of IAEA-603, a new primary reference material aimed at the VPDB scale realisation for  $\delta^{13}\text{C}$  and  $\delta^{18}\text{O}$  determination. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 34(20): e8867. <https://doi.org/10.1002/rcm.8867>
11. Assonov, S., Fajgelj, A., Hélie, J.-F., Allison, C., and Gröning, M. (2021). Characterisation of new reference materials IAEA-610, IAEA-611 and IAEA-612 aimed at the VPDB  $\delta^{13}\text{C}$  scale realisation with small uncertainty. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* 35(7): e9014. <https://doi.org/10.1002/rcm.9014>
12. Hélie, J.-F., Adamowicz-Walczak, A., Middlestead, P., Chartrand, M. M. G., Mester, Z., and Meija, J. (2021). Discontinuity in the Realization of the Vienna Pee Dee Belemnite Carbon Isotope Ratio Scale. *Anal. Chem.* 93: 10740-10743. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.1c02458>

### Cité par

Une liste de publications scientifiques citant le HIPC-1 peut être obtenue à l'adresse suivante: [doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1).

### Auteurs

Michelle M.G. Chartrand<sup>1</sup>, Brad Methven<sup>1</sup>, Adrian Simon<sup>1</sup>, Paul Middlestead<sup>2</sup>, Jean-Francois Hélie<sup>3</sup>, Patricia Grinberg<sup>1</sup>, Enea Pagliano<sup>1</sup>, Juris Meija<sup>1</sup>, Lu Yang<sup>1</sup> et Zoltán Mester<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup> Laboratoire d'isotopes stable Ján Veizer, l'Université d'Ottawa

<sup>3</sup> Geotop, Université du Québec à Montréal

### Remerciements

Les contributions d'Ovidiu Mihai et du personnel de la métrologie chimique inorganique (CNRC) sont reconnues.

### Citation

Chartrand MMG, Methven B, Simon A, Middlestead P, Hélie J.-F., Grinberg P, Pagliano E, Meija J, Yang L et Mester Z. HIPC-1: Matériau de référence certifié de carbone de pureté élevée pour la fraction massique du carbone, le delta isotopique du carbone et les impuretés élémentaires. Ottawa: Conseil national de recherches Canada; 2022.

Disponible à l'adresse suivante: [doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1](https://doi.org/10.4224/crm.2022.hipc-1).

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

**HIPC-1**

*Date de publication: septembre 2022*

*Date d'expiration: septembre 2032*

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](mailto:CRM-MRCOttawa@nrc-cnrc.gc.ca)

