



Certificat d'analyse

Matériau de référence certifié

UCLO-1

Matériau de référence certifié de concentré de minerai d'uranium naturel (U_3O_8) en poudre pour la fraction massique de l'uranium, la composition isotopique d'uranium et les éléments à l'état de traces

UCLO-1 est une poudre de concentré de minerai d'uranium naturel certifiée comme matériau de référence (MRC), préparée au Conseil national de recherches du Canada (CNRC). Une unité d'UCLO-1 est constituée d'environ 25 g de concentré de minerai d'uranium naturel. Ce MRC est destiné à l'étalonnage des procédures de mesure et au développement de méthodes pour la détermination de la teneur en uranium, des rapports isotopiques de l'uranium et des éléments à l'état de traces dans le concentré de minerai d'uranium ou dans des matrices similaires.

Les tableaux suivants indiquent les composants pour lesquels des valeurs certifiées, de référence et d'information ont été établies pour ce MRC. L'incertitude élargie (U_{MRC}) de la valeur certifiée est égale à $U = k u_c$, u_c étant l'écart-type combiné calculé conformément au guide 100 du JCGM [1] et k étant le facteur de couverture. Un facteur de couverture de deux (2) a été appliqué, ce qui correspond à un niveau de confiance d'environ 95 %. L'incertitude U_{MRC} tient compte de tous les aspects pouvant raisonnablement contribuer à l'incertitude de la mesure. Toutes les valeurs sont exprimées sur une base "telle quelle", sans correction de la masse sèche. La teneur en humidité d'UCLO-1 est estimée à environ 0,005 g/g.

Tableau 1: Fraction massique de l'uranium et incertitude élargie ($k=2$) dans UCLO-1

Quantité	Valeur	Type de valeur
Fraction massique de la teneur en uranium, $w(U)$, mg/kg	838 000 ± 9000	certifiée

Le tableau 1 montre la valeur consensuelle de la teneur en uranium dans UCLO-1. La principale méthode utilisée est la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif avec multi-collecteur (MC-ICP-MS), qui utilise des méthodes d'étalonnage externe et de dilution isotopique. D'autres méthodes ont également été utilisées et l'instrumentation utilisée était la spectrométrie de masse à ionisation thermique (TIMS), la spectroscopie d'émission atomique à plasma induit (ICP-AES), l'analyse à la microsonde électronique (EMPA) et le titrage potentiométrique. La valeur consensuelle pour la fraction massique de la teneur en uranium a été attribuée à partir de l'étude interlaboratoire utilisant le modèle statistique Laplace à effets aléatoires [2].

Tableau 2: Rapports isotopiques de l'uranium et incertitudes élargies (k=2) dans UCL0-1

Quantité	Valeur	Incertitude étendue	Type de valeur
Rapport isotopique, $n(^{234}\text{U})/n(^{238}\text{U})$, mol/mol	0,000 053 04	0,000 000 07	certifiée
Rapport isotopique, $n(^{235}\text{U})/n(^{238}\text{U})$, mol/mol	0,007 256 3	0,000 001 3	certifiée

Le tableau 2 montre les valeurs consensuelles des rapports isotopiques de l'uranium dans UCL0-1. Les rapports isotopiques de l'uranium ont été déterminés par MC-ICP-MS et TIMS en utilisant des modèles de correction de biais de masse qui comprennent la méthode gravimétrique de mélange des isotopes, l'encadrement échantillon-étalon et la loi exponentielle. Les valeurs consensuelles pour les rapports isotopiques ont été attribuées à partir de l'étude interlaboratoire utilisant le modèle Gaussien à effets aléatoires (DerSimonian-Laird) [2].

Tableau 3: Fractions massiques et incertitudes élargies (k=2) pour les éléments à l'état de traces dans UCL0-1

Élément, E	Fraction massique, $w(\text{E})$, mg/kg	Rapport des fractions massiques, $w(\text{E})/w(\text{U})$, mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
aluminium	$2,7 \pm 0,8$	$3,3 \pm 1,0$	certifiée	--
antimoine	0,2	0,3	information	TES01
arsenic	$0,5 \pm 0,4$	$0,5 \pm 0,4$	référence	TES02
baryum	0,14	0,17	information	MYC01
bismuth	48 ± 2	57 ± 5	certifiée	MYC02
cadmium	$4,3 \pm 0,3$	$5,1 \pm 0,6$	certifiée	TES04
calcium	6	7	information	MES25
cérium	$0,13 \pm 0,06$	$0,15 \pm 0,07$	référence	MYC03
césium	0,07	0,08	information	MYC04
chrome	$0,45 \pm 0,18$	$0,54 \pm 0,22$	référence	TES05
cobalt	$0,029 \pm 0,005$	$0,034 \pm 0,007$	certifiée	TES06
cuivre	39 ± 2	47 ± 4	certifiée	TES07
dysprosium*	-	-	-	--
erbium	0,006	0,008	information	MYC05
europium	0,01	0,02	information	MYC06
gadolinium	0,011	0,013	information	MYC07
gallium	0,09	0,10	information	MYC08
germanium	0,2	0,2	information	MYC09
hafnium*	-	-	-	--
holmium	0,0025	0,0030	information	MYC10

Élément, E	Fraction massique, w(E), mg/kg	Rapport des fractions massiques, w(E)/w(U), mg/kg	Type de valeur	Reconnaissance internationale de la capacité de mesure (CMC)
indium	0,216 ± 0,009	0,258 ± 0,033	certifiée	MYC11
iridium	0,027	0,032	information	--
fer	20,7 ± 1,2	24,8 ± 2,6	certifiée	MES26
lanthane	0,07 ± 0,04	0,08 ± 0,05	référence	MYC12
lithium	0,020 ± 0,010	0,024 ± 0,013	référence	TES09
magnésium*	-	-	-	MES28
manganèse	0,31 ± 0,07	0,37 ± 0,09	certifiée	TES10
molybdène	72 ± 4	86 ± 8	certifiée	TES12
néodyme	0,029 ± 0,011	0,034 ± 0,014	référence	MYC14
nickel	0,34 ± 0,28	0,40 ± 0,33	référence	TES13
niobium	12,9 ± 1,2	15,4 ± 2,0	certifiée	MYC15
platine	0,09	0,11	information	--
potassium	13,3 ± 1,8	15,8 ± 2,6	certifiée	MES27
praséodyme	0,010 ± 0,006	0,012 ± 0,007	référence	--
rhénium	0,0085 ± 0,0024	0,0101 ± 0,0033	référence	MYC18
rubidium	0,09 ± 0,04	0,10 ± 0,05	référence	MYC17
ruthénium*	-	-	-	--
samarium	0,011 ± 0,007	0,013 ± 0,009	référence	MYC19
scandium	0,74 ± 0,21	0,89 ± 0,27	référence	MYC20
silicium*	-	-	-	MES33
argent	7,4 ± 2,2	8,8 ± 2,7	certifiée	TES15
sodium	145 ± 5	173 ± 15	certifiée	MES29
strontium	0,13	0,15	information	TES16
soufre	3000 ± 230	3580 ± 349	certifiée	MES31
tantale	0,015	0,018	information	MYC21
tellure*	-	-	-	MYC22
terbium*	-	-	-	MYC23
étain	0,74 ± 0,11	0,88 ± 0,16	certifiée	--
titane	1,5	1,8	information	--
tungstène	1,37 ± 0,12	1,64 ± 0,22	certifiée	MYC25
yttrium	0,033 ± 0,016	0,039 ± 0,020	référence	MYC27
zinc	1140 ± 60	1360 ± 115	certifiée	--
zirconium	1120 ± 60	1340 ± 118	certifiée	MYC28

*Aucun consensus n'a été obtenu pour les fractions massiques de ces éléments. Les valeurs collectées sont disponibles dans les fichiers de données supplémentaires disponibles à l'adresse doi.org/10.4224/crm.2020.ucl0-1.

Le tableau 3 indique les valeurs consensuelles des impuretés des éléments à l'état de traces dans UCLO-1. La principale méthode utilisée est la spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS), qui utilise des méthodes d'étalonnage externe, d'ajout dosé d'étalons et de dilution

isotopique. Un spectromètre à fluorescence de rayons X à réflexion totale (TXRF) a également été utilisé pour obtenir la fraction massique des impuretés des éléments à l'état de traces. Les valeurs consensuelles pour les fractions massiques de tous les éléments ont été attribuées à partir de l'étude interlaboratoire utilisant le modèle à effets aléatoires de Laplace [2].

Un fichier de données supplémentaires est également disponible auprès de doi.org/10.4224/crm.2020.uclo-1 et montre toutes les fractions massiques rapportées pour UCLO-1 qui ont été utilisées pour obtenir les valeurs consensuelles.

Reconnaissance internationale de la capacité 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 sédiments, les sols, les minerais et les matrices de particules est disponible 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 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.

Valeurs de référence

Les valeurs de référence sont des valeurs pour lesquelles les données disponibles sont insuffisantes pour fournir une estimation complète de l'incertitude.

Valeurs de l'information

Les valeurs d'information sont celles pour lesquelles les données disponibles sont insuffisantes pour fournir une estimation de l'incertitude.

Valeurs complémentaires

Pour les éléments auxquels aucun consensus n'a été obtenu lors de la mesure des fractions massiques. Les valeurs collectées sont disponibles dans les fichiers de données supplémentaires disponibles à l'adresse doi.org/10.4224/crm.2020.uclo-1.

Utilisation prévue

Ce matériau de référence certifié est principalement destiné à l'étalonnage des procédures et au développement de méthodes de détermination de la teneur en uranium, des rapports isotopiques de l'uranium et des éléments à l'état de traces dans le concentré de minerai d'uranium ou dans des matrices similaires. Un échantillon minimal de 250 mg est recommandé pour analyser la teneur en uranium, les rapports isotopiques de l'uranium et les éléments à l'état de traces.

Entreposage et échantillonnage

Il est recommandé de conserver le matériel à température ambiante et d'ouvrir les flacons immédiatement avant l'utilisation dans un endroit propre, en prenant des précautions contre la contamination. Avant chaque utilisation, le contenu du flacon doit être bien mélangé en secouant et en roulant doucement le récipient, et fermé hermétiquement immédiatement après usage.

Préparation du matériau

UCLO-1 est un concentré de minerai d'uranium de qualité industrielle. Le matériau a été homogénéisé et embouteillé dans des bouteilles en verre ambré de 60 ml.

Stabilité

Des MRC similaires du CNRC ont été contrôlés pour les éléments à l'état de traces pendant plus de dix ans et se sont avérés physiquement et chimiquement stables au cours de cette période. Nous nous attendons à un comportement similaire pour UCLO-1. Les effets des instabilités potentielles dues au stockage et au transport à long terme ont été jugés négligeables sur la composition isotopique, les impuretés des éléments à l'état de traces et la teneur en uranium.

Homogénéité

L'homogénéité du matériau a été testée au CNRC. Les résultats de plus de 10 sous-échantillons (250 mg) ont été évalués à l'aide du modèle à effets aléatoires DerSimonian-Laird et l'incertitude relative résultante due à l'homogénéité a été régressé par rapport à la fraction de masse de l'élément en utilisant la loi de puissance de type Horwitz. La tendance obtenue a été utilisée pour attribuer l'incertitude due à l'homogénéité à tous les éléments, à l'exception de l'uranium.

Incertitude

L'estimation globale de l'incertitude combinée comprend les incertitudes liées à la caractérisation des lots, les incertitudes liées à une éventuelle variation entre les unités, et les incertitudes liées à l'incohérence entre les différentes méthodes de mesure/laboratoires. Cette dernière est estimée comme l'hétérogénéité du modèle à effets aléatoires ajusté aux résultats des méthodes individuelles, également connue sous le nom d'incertitude sombre [3,4]. Le modèle standard à effets aléatoires (DerSimonian-Laird) a été adopté pour les rapports isotopiques. Les mesures des éléments à l'état de traces et de la teneur en uranium, néanmoins, étaient difficiles dans ce matériau et, de ce fait, la recherche d'un consensus a nécessité un modèle statistique plus robuste. Par conséquent, nous avons choisi d'appliquer le modèle à effets aléatoires de Laplace.

Traçabilité métrologique

Les résultats présentés dans ce certificat sont traçables au SI grâce à des étalons préparés par gravimétrie de pureté établie, à des CRM et à des comparaisons internationales de mesures. En tant que tel, UCLO-1 sert de matériau de référence approprié pour les programmes d'assurance qualité des laboratoires, comme le stipule la norme ISO/CEI 17025.

Système de gestion de la qualité (ISO 17034, ISO/CEI 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/CEI 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. Rukhin AL, Possolo A (2011) Laplace random effects models for interlaboratory studies. *Computational Statistics & Data Analysis*, 55(5): 1815-1827.
3. Possolo A, Toman B (2007) Assessment of measurement uncertainty via observation equations. *Metrologia*, 44: 464-475.
4. Thompson M, Ellison SLR (2011) Dark uncertainty. *Accreditation and Quality Assurance*, 16: 483-487.

Cité par

Une liste de publications scientifiques citant UCLO-1 peut être obtenue à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2020.ucl0-1.

Auteurs

Kenny Nadeau¹, Juris Meija¹, Kelly LeBlanc¹, Lu Yang¹, Enea Pagliano¹, Yetunde Aregbe², Paola Alejandra Babay³, Carrie Broome⁴, Michelle Chartrand¹, Don Chipley⁵, Jung Youn Choi⁶, Joanna S. Denton⁷, Ali El-Jaby⁸, Mostafa Fayek⁹, Barbara B. A. Francisco¹⁰, Anais Fourny⁴, Viorel Fugaru¹¹, Bernard Gartner¹², Eduardo Amilcar Gautier³, Patricia Grinberg¹, Allan Holsten¹², Jeremy D. Inglis⁷, Slobodan Jovanovic⁸, Elizabeth Keegan¹³, Tara Kell⁸, Yoshiki Kimura¹⁴, William S. Kinman⁷, William E. Kieser¹⁰, Stephen Kiser¹⁵, Derek Knaack⁵, Eva Kovacs-Szeles¹⁶, Rachel E. Lindvall¹⁷, Elaine Loi¹³, Naomi E. Marks¹⁷, Klaus Mayer¹⁸, Jean-François Mercier¹⁵, Robert Millar¹², Liana Orlovskaya⁴, José Luis Ramella³, Rachel Reavie⁴, Stephan Richter², Hana Seo⁶, Andreea Elena Serban¹¹, Brandi Shabaga⁹, Ryan Sharpe⁹, Youqing Shi⁴, Michael J. Singleton¹⁷, Csaba Tobi¹⁶, Anny Toch¹³, Marina Totland⁴, Zsolt Varga¹⁸, Célia Venchiarutti², Anna Vesterlund¹⁹, Marian Virgolici¹¹, April Vuletich⁵, Maria Wallenius¹⁸, Hitoshi Yamazaki¹⁴, Xiaolei Zhao¹⁰, et Zoltán Mester¹

¹ Conseil national de recherches Canada, (CNRC), Ottawa, Canada;

² Commission européenne, Centre commun de recherche (CCR-GEEL), Direction G - Sûreté et sécurité nucléaires, Normes de sûreté, sécurité et garanties nucléaires, Geel, Belgique;

³ Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) (Commission nationale de l'énergie atomique), Buenos Aires, Argentine;

⁴ Laboratoires nucléaires canadiens (LNC), Chalk River, Canada;

⁵ Queen's Facility for Isotope Research (QFIR), Université Queen's, Kingston, Canada;

⁶ Korea Institute of Nuclear-nonproliferation And Control (KINAC), Daejeon, Corée du Sud;

⁷ Groupe de chimie nucléaire et radiochimique, Division de la chimie, Los Alamos National Laboratory (LANL), Los Alamos, États-Unis;

- ⁸ Laboratoire de la Commission canadienne de sûreté nucléaire (CCSN), Ottawa, Canada;
- ⁹ Université du Manitoba, Département des sciences géologiques (UM), Manitoba, Canada;
- ¹⁰ Laboratoire AMS André E. Lalonde, Université d'Ottawa (UO), Ottawa, Canada;
- ¹¹ Institut national Horia Hulubei pour la recherche et le développement en physique et en ingénierie nucléaire (IFIN-HH), Măgurele, Roumanie;
- ¹² Geoanalytical Laboratories Saskatchewan Research Council (SRC), Saskatoon, Canada;
- ¹³ Australian Nuclear Science and Technology Organisation (ANSTO), Lucas Heights, Australie;
- ¹⁴ Centre de soutien intégré pour la non-prolifération et la sécurité nucléaires, Agence japonaise de l'énergie atomique (JAEA), Funai-shikawa, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, Japon;
- ¹⁵ Santé Canada, Bureau de la radioprotection (BRP-SC), Ottawa, Canada;
- ¹⁶ Centre de recherche sur l'énergie, Budapest, Hongrie;
- ¹⁷ Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL), Livermore, États-Unis;
- ¹⁸ Commission européenne, Centre commun de recherche (CCR-KRU), Direction de la sûreté et de la sécurité nucléaires, Karlsruhe, Allemagne;
- ¹⁹ Agence suédoise de recherche pour la défense (FOI), Umeå, Suède.

Remerciements

Nous tenons à remercier les personnes suivantes pour leur coopération à l'organisation de la réunion d'examen des données sur les concentrés de minerai d'uranium qui s'est tenue du 24 au 27 février 2020 à Ottawa: Dr Chris Cochrane, Commission canadienne de sûreté nucléaire, Ottawa, Canada.

Citation

Nadeau K, Meija J, LeBlanc K, Yang L, et al. UCL0-1: Matériau de référence certifié de concentré de minerai d'uranium naturel (U_3O_8) en poudre pour la fraction massique de l'uranium, la composition isotopique d'uranium et les éléments à l'état de traces. Ottawa : Conseil national de recherches Canada ; 2020.

Disponible à l'adresse suivante: doi.org/10.4224/crm.2020.ucl0-1.

Le texte anglais est la version définitive de ce document.

UCLO-1

Date de publication: août 2020

Date d'expiration: août 2030

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

