

Réalisation et certification de matériaux de référence en vue du contrôle lors de l'analyse chimique des déchets



**REALISATION ET CERTIFICATION DE MATERIAUX
DE REFERENCE EN VUE DU CONTROLE
LORS DE L'ANALYSE CHIMIQUE DES DECHETS**

RAPPORT FINAL

octobre 2004

J. CARIGNAN, J. MOREL - CNRS - CRPG

Créée en 1989 à l'initiative du Ministère en charge de l'Environnement, l'association RECORD – REseau COopératif de Recherche sur les Déchets et l'Environnement – est le fruit d'une triple coopération entre industriels, pouvoirs publics et chercheurs. L'objectif principal de RECORD est le financement et la réalisation d'études et de recherches dans le domaine des déchets et des pollutions industrielles.

Les membres de ce réseau (groupes industriels et organismes publics) définissent collégialement des programmes d'études et de recherche adaptés à leurs besoins. Ces programmes sont ensuite confiés à des laboratoires publics ou privés.

Avertissement :

Les rapports ont été établis au vu des données scientifiques et techniques et d'un cadre réglementaire et normatif en vigueur à la date de l'édition des documents.

Ces documents comprennent des propositions ou des recommandations qui n'engagent que leurs auteurs. Sauf mention contraire, ils n'ont pas vocation à représenter l'avis des membres de RECORD.

- ✓ Pour toute reprise d'informations contenues dans ce document, l'utilisateur aura l'obligation de citer le rapport sous la référence :
RECORD, Réalisation et certification de matériaux de référence en vue du contrôle lors de l'analyse chimique des déchets, 2004, 76 p, n°01-0119/1A.
- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

© RECORD, 2004

Abréviations

Tout au long de ce rapport, les abréviations suivantes seront utilisées:

CNRS	Centre National de la Recherche Scientifique
CRPG	Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques
SARM	Service d'Analyse des Roches et des Minéraux
ICPAES	Spectromètre d'émission atomique à source plasma inductif
ICPMS	Spectromètre de masse à source plasma inductif
AAS	Spectromètre d'absorption atomique
HAAAS	Spectromètre d'absorption atomique et formation d'hydrure et amalgame
GFAAS	Spectromètre d'absorption atomique à four graphite
ABS	Absorptiométrie
SPEL	Electrode spécifique
IMPC	Coulométrie à impulsion
XRF	Fluorescence Rayons-X
LECO	Détection infra-rouge: système LECO
INAA	Analyse d'Activation Neutronique Instrumentale
GRAVI	Gravimétrie
Pf	Perte au feu
SD	Ecart type
RSD	Ecart type relatif
IC	Intervalle de Confiance
MIDI	Mâchefers d'Incinération de Déchets Industriels
REFIDI	Résidus d'Epuration des Fumées d'Incinération de Déchets Industriels

Note: la notation ppm (partie par million), équivalent de $\mu\text{g/g}$, est parfois utilisée dans les annexes de ce rapport.

1. Introduction

A la demande du groupe RE.CO.R.D., le CNRS a fait entreprendre par le SARM du CNRS au CRPG une étude intitulée: "préparation et certification d'échantillons de référence". Ce projet avait pour finalité la préparation de deux matériaux à teneurs de référence obtenues à partir de matières premières fournies par le groupe RE.CO.R.D.. Ces matériaux seront à la disposition membres du groupe RE.CO.R.D. pour la mise au point de méthodes analytiques ou pour le contrôle de qualité de leurs analyses.

En concertation avec RE.CO.R.D., et suite aux analyses préliminaires, les éléments suivants ont été retenus:

RE.CO.R.D.-1:

Eléments majeurs☐

Si, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P☐Ti, H₂O après séchage à 105°C, C total et organique, S total.

Eléments traces☐

Cl, F, I, Br, As, Ba, Cd, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, V, Zn, Hg, Se, Te, Tl.

RE.CO.R.D.-2

Eléments majeurs☐

Si, Al, Fe, Mn, Mg, Ca (pour information), Na, K, Ti, S total

Eléments traces☐

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, Sr, V, W, Se, Tl.

Ce rapport présente toutes les étapes de préparation pour les deux matériaux ainsi que les résultats analytiques obtenus par 6 laboratoires indépendants d'Amérique du nord et d'Europe, ces laboratoires utilisant une gamme variée de techniques de mise en solution, de calibrage d'appareils de mesure ainsi que de techniques d'analyse. A partir de ces résultats, des valeurs de concentrations sont proposées ainsi qu'une incertitude associée. Le nombre de résultats par éléments ainsi que la valeur de l'incertitude détermine la classe des valeurs proposées, soit la classe 1 teneurs recommandées, la classe 2 teneurs indicatives et la classe 3 autres teneurs. La Figure 1.1 présente les différentes étapes de préparation de ces échantillons.

2. Préparation et description des échantillons

Les deux échantillons nous ont été fournis par le groupe RE.CO.R.D. sous forme de granulats. Le premier échantillon (RE.CO.R.D.-1) est en fait un mélange de deux matériaux qui nous sont parvenus séparément: MIDI et REFIDI. Les échantillons ont été broyés et homogénéisés séparément. Deux prélèvements ont été effectués pour chacun des échantillons pour analyse afin de déterminer les proportions du futur mélange. Suite aux résultats des

Préparation des échantillons environnementaux

Homogénéisation primaire

- Broyage primaire (< 1 mm)
- Quartage
- Microbroyage (< 80 μm), prélèvements 10 aliquotes
- Analyses

Microbroyage et tamisage

- Microbroyage Rodax
- Tamisage à 80 μm
- Broyage du refus
- Séparation magnétique particules métalliques

Quartage

- Séparation en deux parties
 - Mélange des deux parties
- (Opération répétée 10 fois)

Homogénéisation finale

- Mélange manuel par transfert de tas, 3 fois
- Homogénéisation par répartiteur d'échantillons, 3 fois
- Analyse sur 20 prélèvements aléatoires
- Campagne d'analyses

Conditionnement

- Sacs plastiques soudés de 10 ou 30 g
- Étiquetage

Figure 1.1. Résumé des étapes de préparation des matériaux de référence RE.CO.R.D. 1 et 2.

analyses préliminaires, la décision de mélanger par moitié les deux échantillons est prise par TREDI environnement du groupe RE.CO.R.D..

Le problème rencontré au cours de ce premier test est la forte concentration en carbonate de sodium qui rend impossible la détermination de la perte au feu* (analyse des éléments volatiles). Sous cette forme, cet élément est en effet très facilement volatilisé et fausse les résultats de ce dosage. L'ensemble carbone total, organique et eau totale dans le mélange final fut donc déterminé.

() la perte au feu et l'analyse élémentaire sont faites sur deux aliquotes de l'échantillon et une partie du carbonate de sodium qui se vaporise est comprise dans la perte au feu alors que ce dernier est également dosé avec l'ensemble des éléments majeurs.*

Le deuxième échantillon (RE.CO.R.D.-2) est un résidu de battitures. Ce dernier est composé d'un mélange de poudre fine et de morceaux de toutes tailles allant jusqu'à plusieurs centimètres. Une petite quantité de cet échantillon (4.7 kg) fut testé pour la faisabilité du broyage et de l'attaque chimique. La totalité des 4.7 kg fut séchée à l'étuve à 110°C durant deux jours. Une aliquote d'une dizaine de grammes fut broyée au marteau d'abord puis manuellement dans un mortier jusqu'à obtenir une poudre très fine. Cette poudre est utilisée pour une première analyse (annexe 3-1).

Dans le reste de l'échantillon de battitures, certaines particules sont d'une taille supérieure à 2.4 mm et présentent un caractère métallique marqué. Elles ont été retirées avant broyage. Le refus définitif montre, sous microscope, la présence de produits métalliques dans une très large majorité, cette partie ne pouvant plus être réduite en poudre plus fine sera éliminée des essais qui suivront (2.048 kg). On ne conservera que la fraction inférieure à 100 μm (2.125 kg) pour homogénéiser et effectuer les analyses préliminaires. Ces dernières ont démontré l'efficacité de l'attaque chimique et de l'analyse par spectrométrie d'émission, d'absorption et de masse sur ce matériau. Cependant, le dosage de Cr, Ni et Fe₂O₃ total sur broyage manuel et mécanique par AAS (annexe 3-1) donne des résultats très différents. Cette différence peut s'expliquer par la non représentativité du premier échantillon. La teneur globale en ces trois éléments est certainement proche de la réalité dans l'échantillon broyé mécaniquement et tamisé en dessous de 100 μm . Cet essai montre la difficulté que peuvent rencontrer les utilisateurs de ce genre d'échantillon en terme de représentativité. L'échantillon RE.CO.R.D.-2 "fines de battitures" ne représente qu'environ 50% de la masse de l'échantillon originalement fourni par RE.CO.R.D., soit une trentaine de kilogrammes sur 60 kg traités.

2.1 Homogénéisation primaire

La première phase consiste à tester l'homogénéité de la/ou des matrices brutes, après broyage primaire, quartage grossier et mélange, si nécessaire, suivis d'un broyage fin sur une dizaine de prélèvements. Ces derniers ont été analysés pour leurs teneurs en éléments majeurs et traces par ICP-AES et ICP-MS afin d'estimer l'homogénéité du matériel de départ.

Suite aux résultats satisfaisants, la préparation de l'ensemble de chaque échantillon s'est poursuivi.

2.2 Microbroyage

L'ensemble de l'échantillon est réduit au microbroyeur Rodax . La poudre obtenue est ensuite tamisée à 80 microns. Le refus est à nouveau broyé et tamisé jusqu'à refus zéro. Les particules métalliques sont retirées au moment du tamisage par séparation magnétique.

2.3 Quartage

L'échantillon est séparé en deux par quartage, les deux fractions obtenues sont mélangées et séparées à nouveau. Cette opération a lieu 10 fois.

2.4 Homogénéisation finale

L'ensemble de la poudre est mis en tas sur film plastique dans une boîte à gants. Ce tas est déplacé à la pelle sur un autre film plastique de façon à reformer un autre tas de tout l'échantillon. Ce transfert se fait 3 fois. L'homogénéisation est ensuite effectuée au moyen d'un répartiteur d'échantillon RETSCH type PT. Ce répartiteur se compose d'une trémie approvisionnant un vibreur qui déverse la poudre dans un système rotatif à huit sorties. Chacune de ces sorties est reliée à un récipient en verre de 500 ml. Le contenu de la trémie correspond au remplissage des huit récipients. A la fin de chaque trémie, le contenu des pots en verre est versé sur un film plastique de façon à reconstituer un autre tas. L'opération se renouvelle jusqu'à épuisement de la masse initiale de l'échantillon. Le nouveau tas formé est repris ensuite deux fois encore dans les mêmes conditions par l'intermédiaire du répartiteur d'échantillon. L'ensemble de l'échantillon est ensuite stocké en bidons pour son conditionnement ultérieur. Dix prélèvements du produit d'homogénéisation de l'échantillon RE.CO.R.D.-2 ont été effectués et analysés pour les éléments majeurs, mineurs et traces dans l'unité de spectrochimie, et Fe, Ni et Cr dans l'unité de géochimie minérale. Les résultats de ces analyses préliminaires ont montré une homogénéisation chimique satisfaisante.

Pour le mélange de l'échantillon RE.CO.R.D.-1, 200 g de chaque échantillon (MIDI et REFIDI) sont mélangés dans le broyeur Retsch durant 5 minutes, les fractions de 400 g obtenues sont mises en sacs plastiques de 2.4 kg, chacun et ce, jusqu'à épuisement de l'un des échantillons, en l'occurrence le MIDI. Au total 8 sacs ont été préparés soit un poids total de 19.2 kg. Dans chaque sac deux prélèvements du mélange sont effectués en vue d'analyse afin de tester l'homogénéité initiale, 16 analyses. Les résultats de cette première série d'analyses furent satisfaisants pour une première homogénéisation tant du point de vue des éléments majeurs que des éléments en traces. Vingt prélèvements du produit d'homogénéisation finale effectués au

hasard ont de nouveau été analysés. Les résultats de ces analyses montrent que l'échantillon est très homogène car la reproductibilité des résultats se situe dans les spécifications de notre méthode d'analyse.

2.5 Conditionnement

Les échantillons RE.CO.R.D.-1 et RE.CO.R.D.-2 ont été mis en sacs de plastique scellés et étiquetés de 30 grammes respectivement. Chaque sac est doublé d'un second sac plastique scellé. Les échantillons sont identifiés par une étiquette mentionnant son nom, sa nature, la date de préparation et conditionnement, le nom du maître d'œuvre (SARM CRPG-CNRS) ainsi que la quantité d'échantillon dans le contenant.

3. Laboratoires participants à la campagne de caractérisation

Un appel d'offre fut envoyé à 7 laboratoires en Europe et en Amérique du Nord. En plus des 2 laboratoires (Chimie et Spectrochimie) du Service d'Analyse des Roches et des Minéraux du CNRS au CRPG, 5 laboratoires ont répondu et ont été sélectionnés sur la base des méthodes utilisées, des délais d'analyses et des tarifs demandés. Les participants sont:

- 1 Unité de Spectrochimie
Service d'Analyse des Roches et des Minéraux
C R P G - C N R S
15 rue Notre Dame des Pauvres
BP 20, 54501 Vandoeuvre-lès-Nancy,
France
- 2 Unité de Chimie minérale
Service d'Analyse des Roches et des Minéraux
C R P G - C N R S
15 rue Notre Dame des Pauvres
BP 20, 54501 Vandoeuvre-lès-Nancy,
France
- 3 Université H. Poincaré
Laboratoire de fluorescence X
BP 239
54501 Vandoeuvre cedex
- 4 Laboratoire Environnement et Minéralurgie
Rue Marcel Roubault
54500 Vandoeuvre Cedex
- 5 XRAL Laboratories
1885 Leslie Street
Don Mills Ontario
Canada M3B 3J4

- 6 Ecole Polytechnique
Université de Montréal
2500 Ch. de polytechnique
Montréal (Québec) Canada H3T 1J7
- 7 ActLabs
1428 Sandhill Drive
Ancaster, Ontario
Canada L9G 4V5

Un sachet de chacun des échantillons RE.CO.R.D.-1 et RE.CO.R.D.-2 a été envoyé à ces laboratoires en demandant un triplicata d'analyse pour chacun. Un matériaux de référence (MATREF-1) dont la matrice présente certaines similitudes avec les échantillons RE.CO.R.D. a également été adressé aux laboratoires participant à l'étude pour analyse unique afin de juger de la justesse de leurs résultats. Les traitements et méthodes d'analyses pour chacun des laboratoires sont indiqués dans les tableaux de l'annexe 1. Tout comme le SARM, pour lequel deux unités analytiques ont analysé les échantillons de façon indépendante (#1 et #2), le laboratoire ActLabs (#7) a, pour certains éléments, utilisé des techniques différentes. Le cas échéant, ces analyses seront considérées comme une série d'analyse supplémentaire (#8) et comptabilisé dans la moyenne arithmétique.

4. Résultats d'analyses des laboratoires participants

4.1 MATREF-1: contrôle d'analyse

Les laboratoires 1 à 7 ont analysé l'échantillon MATREF 1, un étalon préparé et caractérisé par le SARM. Ce matériau fût choisi pour sa similitude de composition de matrice avec les échantillons RE.CO.R.D. et pour ses valeurs de concentrations pour certains éléments traces. Le Tableau 4.1 rapporte les concentrations obtenues pour chacun des laboratoires ainsi que la déviation relative des valeurs par rapport aux valeurs de travail proposées par le SARM. La majorité des résultats obtenus sont cohérents pour les différents laboratoires avec un écart type inférieur à 10% pour 24 éléments sur 34 et dosés par au moins 3 laboratoires participants. Le chlore n'a pu être dosé correctement que par 2 laboratoires et le fluor que par 1 laboratoire. Bien que possédant des écart types supérieurs à 10%, la mesure de certains éléments comme Cd, Co et Hg peut être considérée comme valable car l'incertitude de la valeur de travail pour ces éléments est aussi supérieure à 10%. Pour le Cr et le Cu, l'exclusion des résultats d'un laboratoire sur 4 et sur 6 respectivement fait en sorte que l'écart type calculé devient largement inférieur à 10%. Le seul élément présentant une incohérence entre les résultats de cette étude et la valeur de travail est le Ni. En effet, bien que l'écart type calculé pour cet élément soit similaire

à l'incertitude de la valeur de travail (± 20 ppm), la valeur moyenne est significativement différente (150 ± 20 ppm - cette étude, par rapport à 118 ± 20 ppm - valeur de travail proposée).

Il est certain qu'on ne peut juger de la qualité des analyses d'un laboratoire à partir d'une seule analyse. Par exemple, le laboratoire 4 a obtenu une concentration en Cr de 22% inférieure à la valeur recommandée du MATREF-1, sans pour autant que celles obtenues sur RE.CO.R.D. 1 et 2 soient significativement différentes de celles obtenues par les autres laboratoires.

4.2 Discussion technique et statistique

Toutes les valeurs de concentrations obtenues sur RE.CO.R.D. 1 et 2 par les différents laboratoires sont rapportées dans les annexes 2, 3 et 4. Pour les deux matériaux, les éléments ont été subdivisés en 3 classes, selon le pourcentage que représente l'intervalle de confiance sur la moyenne d'une part et selon le nombre de laboratoires participants à une série d'analyse pour un élément donné. C'est ainsi que sont définis les éléments de la classe 1 (valeur de travail recommandée), possédant un intervalle de confiance représentant moins de 10% de la valeur moyenne et plus de 4 laboratoires ayant travaillé avec des méthodes d'analyses différentes; les éléments de la classe 2 (valeur indicative) possédant un intervalle de confiance représentant moins de 15% de la valeur moyenne et pour laquelle au moins trois laboratoires ont participé aux séries d'analyses; les éléments de la classe 3 (autres valeurs) sont celles pour lesquelles l'intervalle de confiance est supérieur à 15% de la valeur moyenne ou pour lesquelles moins de trois laboratoires ont participé aux séries d'analyses, indépendamment de l'intervalle de confiance.

Les moyennes des concentrations rapportées dans les Tableaux 4.2 à 4.7 représentent la moyenne arithmétique de la moyenne de chacun des laboratoires sur trois analyses de l'échantillon. Les intervalles de confiance associés sont calculés selon la méthode de Student:

$$IC = t*s/\sqrt{n}$$

où s est l'écart type sur la moyenne des séries d'analyses, n est le nombre de séries (nombre de laboratoires participants ou de méthodes d'analyses utilisées) et t est le coefficient de Student à 95% de confiance (voir Hayslett 1981, [2]). Les exclusions de valeurs ont été réalisées à partir du jugement de la personne ayant fait le traitement statistique des résultats. Un des critères majeurs fut de travailler, dans la mesure du possible, avec une population "normale", cette dernière étant estimée par comparaison entre la moyenne arithmétique et la médiane. Étant donné le nombre restreint de séries d'analyses, des traitements statistiques exhaustifs n'ont pas été utilisés.

Tableau 4.1 Concentrations mesurées dans l'échantillon contrôl MATREF-1

Labo.	1	2	3	4	5	6	7	8	Valeurs de travail	IC95%
Pf 1000°	8.30		6.85					8.08		
Pf 110°										
H2O+		0.00						0.74		
H2O-				0.90	0.79	0.78		1.03		
Si	22.58	22.43	22.49	21.82	21.95	21.87		23.13		
Al	4.45	4.30	4.34	4.22	4.52	4.51	3.81	4.59		
Fe	5.36	5.19	5.37	5.28	5.48	5.48	5.00	5.36	5,34	0,17
Mn	0.09	0.09	0.08	0.08	0.09	0.09	0.08	0.08		
Mg	1.53	1.45	1.44	1.44	1.43	1.44	1.31	1.37		
Ca	10.71	10.13	10.51	10.65	10.66	10.67	9.50	10.29	10,61	0,13
Na	4.48	4.30	4.14	4.73	3.84	3.85	4.00	4.05	4,27	0,25
K	1.46	1.36	1.21	1.48	1.34	1.34	1.65	1.49		
Ti	0.44	0.44	0.45	0.42	0.45	0.46	0.37	0.45		
P	0.35	0.41	0.40	0.41	0.42	0.42		0.40	0,419	0,006
C total		1.99			2.06	2.07		2.03		
C org		1.06			1.20	1.21	1.02	1.05		
S tot		0.55	0.51	0.57	0.56	0.58		0.58	0,59	0,12
Cl		1.17			>5000	>5000	1.02	1.80	1,06	0,15
F		800			1200	1220	<100	1400	880	53
Br					207	217	207	228	210	100
I							<4	4.50		
As	22.99				<30	<30	21.08	20.90	25,5	3,7
As*								14.40		
Ba	1077	1120	1170		1130	1130	1077	1206		
Ba*								1100		
Be	<L.D.							2.00		
Bi	6.30									
Cd	42.62			51.00	48.70	45.30	39.80	53.74	46,00	7,00
Ce	31.75				31.50	30.10				
Co	29.65			42.00			33.20	43.36	32,12	5,87
Co*								31.00		
Cr	624		630	470	615	615			605	30
Cs	4.08									
Cu	1470		1410	1370	1060	1030	1512	1590	1466	270
Dy	1.45									
Er	0.83									
Eu	0.43									
Ga	10.76									
Gd	1.67									
Ge	1.57									
Hf	4.47									
Hg ppm		6.30			4.50	4.35	4.20	3.12	4,92	0,97
Ho	0.27									
In	0.85									
La	13.55									
Lu	0.12									
Mo	22.06			34.00	25.00	25.00	27.00	27.87		
Mo*								12.00		
Nb	9.30									
Nd	11.26									
Ni	132.0			130.0	153.0	146.0	156.0	183.4	118,3	20,3
Ni*								194.0		
Pb	2908	3135	3260	3160	3190	3020		3040	2989	190
Pr	2.90									
Rb	50.18									
Sb	212.50				204.00	210.00	195.75	172.94		
Sb*								200.00		
Se		2.31			2.00	2.30	1.20	2.92		
Sm	1.90									
Sn	395				405	374	368	354	387	33

Sr	265						280	293		
Ta	2.37									
Tb	0.28									
Te					<0.5	<0.5			0.19	
Th	4.28									
Tl					<0.5	<0.5			0.45	
Tm	0.12									
U	1.84									
V	26.16				31.00	29.00	25.56	25.00	28,45	2,95
W	19.89						19.37			
W*										
Y	9.28								8.00	
Yb	0.81									
Zn	3385	3705	3720	3500	3690	3430	3471	3130	3402	274
Zn*								3410		
Zr	186.50								178	

*: résultats supplémentaires du laboratoire #7 obtenu par une technique différente

les valeurs en italique mesurées par les laboratoires sont significativement différentes de la valeur de travail recommandée

4.3 Valeurs de travail classe 1

Les valeurs des teneurs (moyenne arithmétique de N séries d'analyses) et leur intervalle de confiance à 95% pour RE.CO.R.D. 1 et 2 sont rapportés aux Tableaux 4.2 et 4.3 respectivement.

Tableau 4.2: Teneurs recommandées - valeurs de travail classe 1 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RECORD-1

élément majeurs	valeur de travail classe 1 (% poids)	Intervalle de confiance (% poids)	N
Si	9.92	0.25	4
Al	3.09	0.15	6
Fe	2.75	0.27	7
Mg	0.88	0.07	6
Ca	5.72	0.48	7
Na	17.46	1.28	7
K	0.75	0.07	6
Ti	1.86	0.04	5
P	0.49	0.05	6

élément traces	valeur de travail classe 1 (mg/g)	Intervalle de confiance (mg/g)	N
Ba	6114	401	6
Co	82.3	5.7	6
Cr	1411	107	5
Cu	987	36	6
Ni	1538	110	7
Pb	1506	105	5
Zn	6169	301	7

Tableau 4.3: Teneurs recommandées - valeurs de travail classe 1 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RE.CO.R.D.-2

élément majeurs	valeurs de travail classe 1 (% poids)	Intervalle de confiance (% poids)	N nombre de séries
Si	0.836	0.053	5
Al	1.24	0.12	6
Fe	70	0.8	5
Mn	0.59	0.03	6

élément traces	valeurs de travail classe 1 (µg/g)	Intervalle de confiance (µg/g)	N nombre de séries
As	65.2	4.8	5
Co	61.8	4.1	6
Cr	8381	392	4
Cu	1158	85	5
Mo	507	48	6
Ni	1695	87	6
Sb	10.04	0.67	4
V	136.5	12.2	4

4.4 Valeurs indicatives classe 2

Les valeurs des teneurs (moyenne arithmétique de N séries d'analyses) et leur intervalle de confiance à 95% pour RE.CO.R.D. 1 et 2 sont rapportés aux Tableaux 4.4 et 4.5 respectivement.

Tableau 4.4: Teneurs recommandées - valeurs indicatives classe 2 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RECORD-1

élément majeurs	valeur indicative classe 2 (% poids)	Intervalle de confiance (% poids)	N
□			□
Mn	1.04	0.015	7
C total	4.73	0.39	3
C organique	1.80	0.05	3
□			□

élément traces	valeur indicative classe 2 (µg/g)	Intervalle de confiance (µg/g)	N
□			□
Br	1674	117	3
Mo	138	20	5
Sb	89.7	6.5	3
V	85.1	5.8	3

Tableau 4.5: Teneurs recommandées - valeurs indicatives classe 2 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RE.CO.R.D.-2

élément majeurs	valeurs indicatives classe 2 (% poids)	Intervalle de confiance (% poids)	N
K	0.049	0.007	4
élément traces	valeurs indicatives classe 2 (µg/g)	Intervalle de confiance (µg/g)	N
Ba	46.9	5.8	3
Pb	10.3	0.6	3
Se	1.16	0.25	3
W	8.9	0.5	3

4.5 Autres valeurs

Les valeurs des teneurs (moyenne arithmétique de N séries d'analyses) et leur écart type pour RE.CO.R.D. 1 et 2 sont rapportés aux Tableaux 4.6 et 4.7 respectivement.

Tableau 4.6: Autres valeurs classe 3 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RE.CO.R.D.-1

élément majeurs	autres valeurs classe 3 (% poids)	écart type (% poids)	N nombre de séries
H2O+	0.52	0.14	2
S total*	1.67	0.28	5
Cl**	8.75	3.35	3
F	0.15	0.02	3
élément traces	autres valeurs classe 3 (µg/g)	écart type (µg/g)	N nombre de séries
I	780	134	2
As**	15.5	5.7	3
Cd	6.1	0.8	3
Hg	5.8	1.2	4
Se	1.43	0.47	2
Te	0.13		1
Tl	0.57	0.10	2

*: les valeurs de concentrations du S total semblent avoir une distribution bimodale.

** : une valeur sur 3 est complètement différente:

si N=2: Cl = 6.84 %; As = 19%.

Tableau 4.7: Autres valeurs classe 3 pour les éléments majeurs et traces dosés dans RE.CO.R.D.-2

élément majeurs	autres valeurs classe 3 (% poids)	écart type (% poids)	N
Mg	0.085	0.012	4
Ca	0.14	0.03	5
Na	0.13	0.03	6
Ti	0.027	0.009	4
S total*	0.02-0.17		4
élément traces	autres valeurs classe 3 (µg/g)	écart type (µg/g)	N
Cd	0.81	0.03	2
Sn	51.8	2.1	2
Sr	13.2	1.1	2

*: les valeurs de concentrations en soufre sont trop dispersées pour calculer une moyenne et un écart type ayant une signification.

5 Conclusions

La préparation et l'analyse de deux matériaux environnementaux nous a permis de caractériser ces deniers pour 33 éléments (RE.CO.R.D.-1) et 25 éléments (RE.CO.R.D.-2). Parmi ces éléments, 16 présentent des concentrations homogènes à mieux de 10% pour RE.CO.R.D.-1, 12 éléments pour RE.CO.R.D.-2. Les résultats pour les autres éléments présentent des hétérogénéités plus importantes (15%) mais peuvent être considérés comme valeurs indicatives. La préparation de tels matériaux environnementaux de référence pour l'analyse chimique est très importante pour la traçabilité des analyses de routine en laboratoire de contrôle travaillant sur des échantillons possédant des matrices similaires.

Références

[1] Hayslett, H.T. (1981) Statistics Made Simple, Heinemann, London.

7. ANNEXE I

Les tableaux 6.1 à 6.7 de l'annexe I rapportent les informations relatives au traitement des échantillons avant analyse pour chaque laboratoire.

Tableau 6.1 Laboratoire 01 Laboratoire de Spectrochimie SARM Vandoeuvre-lès Nancy

Élément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Si, Al, Fe total, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ti, P	300 poudre brut	Fusion métaborate de lithium, mise en solution HNO ₃ dilué. Calibration : standard géochimique Basalte BR	ICP-AES Analyse simultanée
Perte au feu 1000°C	300	Four à 1000 °C 4 h	Gravimétrie
Éléments traces	300 poudre brut	Fusion métaborate de lithium, mise en solution HNO ₃ dilué. Calibration : standard géochimique Basalte BR dopé en As, Be, Bi, Cd, Cs, In, Ge, Sn, Mo, U, Th, W et solution étalon Cr ^{**} , Pb, Zn*, Cu.	ICP-MS

Tableau 6.2 Laboratoire 02 Laboratoire de Chimie SARM Vandoeuvre-lès Nancy

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Si, Al, Fe total, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ba, Cr	100	Fusion métaborate de lithium. Calibration : Solution étalon	AAS
Ti, P	100	Fusion métaborate de lithium. Calibration : Solution étalon	Colorimétrie
C total C organique	150 300	Grillage 1100°C. Calibration CaCO ₃	Système LECO
H ₂ O+	200	Grillage 1250°C. Calibration Hydranal	Methode Karl-Fischer
H ₂ O-	1000		Gravimétrie
S total	200	Grillage four induction. Calibration : CdS	Système LECO
Cl	100	Fusion Na ₂ CO ₃ . Calibration : Solution étalon	Colorimétrie
Cu	200	Attaque HF-HClO ₄ . Calibration : Solution étalon	AAS
As	100	Attaque HCl-HNO ₃ -HF. Extraction liquide-liquide. Calibration: solution étalon	GFAAS
F	500	Fusion Na ₂ CO ₃ . Calibration : Solution étalon	Potentiométrie à électrode spécifique
Hg	100	Attaque HNO ₃ - H ₂ SO ₄ +KMnO ₄ . Calibration : Solution étalon	HAAAS méthode à l'amalgame
Pb, Zn	200	Attaque HF-HClO ₄ . Calibration : Solution étalon	AAS

Tableau 6.3 Laboratoire 03 Laboratoire de XRF faculté des sciences Vandoeuvre-lès Nancy

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Si, Al, Fe total, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ti, P	300 poudre brut		XRF
Perte au feu 1000°C	300	Four à 1000 °C 4 h	Gravimétrie
Eléments traces	300 poudre brut		XRF

Tableau 6.4 Laboratoire 04 Laboratoire Environnement et Minéralurgie Vandoeuvre-lès Nancy

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Al, Fe total, Mn, Mg, Ca, Na, K, Ti, Ba, Cr, Cu, Ni, Co, Mo, Pb, Zn	300 poudre brute	Fusion métaborate de lithium, mise en solution HCl dilué. Calibration : Solution étalon	AAS
Perte au feu 1000°C	300 poudre brute	Four à 1000 °C 4 h	Gravimétrie
Si	100 poudre brute	Fusion NaOH	Absorptiométrie
P	500 à 2000	Mise en solution HClO4	Absorptiométrie
S total	5 g	Attaque HNO3	Gravimétrie

Tableau 6.5 Laboratoire 05 Laboratoire XRAL Ontario CND

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Si, Al, Fe total, Mn, Mg, Ca, Na, K, Cr, Ti, P,	2000	Fusion alcaline Matériaux de référence	XRF
C total, S total	1000	Grillage four induction. Matériaux de référence	Système LECO
C org	1000	Grillage four induction. Matériaux de référence	Coulométrie à impulsions
Cl, F			Electrode spécifique
Br		Irradiation	Mesure rayons gamma détecteur Germanium (Analyse par activation neutronique)
As, Ba, Cd, Co, Cu, Mo, Ni, Pb, Sn, Tl, V, Zn	100	Fusion alcaline, mise en solution acide. Calibration	ICP-MS
Sb, Se, Hg	100	Attaque acide Solutions étalons	AAS Formation d'hydrure et amalgame
Perte au feu	1000		Gravimétrie

Tableau 6.6 Laboratoire 06 Ecole Polytechnique de Montréal Québec CND

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Al, As, Br, Ca, Cd, Cl, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, I, K, La, Mn, Na, Ni, Sc, Se, Si, Sm, Sn, Th, Ti, U, V, W, Zn	1500	Irradiation	Mesure rayons gamma détecteur Germanium (Analyse par activation neutronique)

Tableau 6.7 Laboratoire 07 Actlab Ontario CND

Elément	Prise d'essai (mg)	Traitement et calibration	Méthode de détermination
Eléments majeurs et Ba, Sr, Y, Sc, Zr, Be, V	200	Fusion alcaline Matériaux de référence internationaux	ICPAES
As, Ba, Br, Co, Mo, Ni, Sb, Se, W, Zn, Cl, I	1000-2500	Irradiation Matériaux de référence internationaux et synthétique pour Cl et I	Activation neutronique INAA
C organique, C total, S total	200		analyseur CS Eltra
V, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Mo, Cd, Sb, Te, Tl, Pb	250	attaque acides HF, HClO ₄ , HNO ₃ , HCl et étalons multiélémentaires	ICPMS
Sn	6000	Poudre comprimée, Matériaux de référence internationaux	XRF
F	200	Fusion alcaline Matériaux de référence internationaux	SPEL
Hg	500	attaque eau régale solution synthétique de Hg	HAAAS
Perte au feu H ₂ O±			gravimétrie

7. ANNEXE II

Les tableaux 7.1 à 7.28 de l'annexe II rapportent les résultats d'analyses obtenus pour RE.CO.R.D. 1 et 2 par les différents laboratoires pour les éléments de classe 1 (valeurs de travail recommandées).

Tableau 7.1 Teneurs en Silicium (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1 (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	9.62	9.65	9.82	9.70	0.11
2	AAS	3	9.83	9.90	9.85	9.86	0.04
3	XRF	3	10.05	10.03	10.06	10.05	0.01
4	ABS	3	10.08	10.09	10.11	10.09	0.02
5*	XRF	3	8.53	8.56	8.52	8.54	0.02
7*	ICPAES	3	9.30	9.19	9.32	9.27	0.07

*: exclus

moyenne 9.92
 écart type 0.18
 IC (95%) 0.25

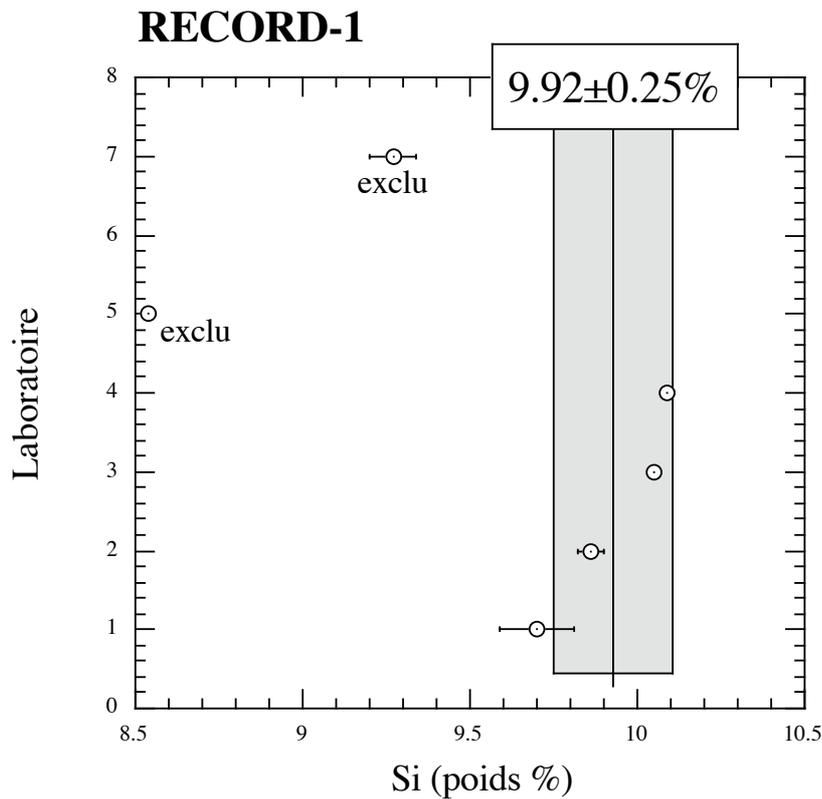


Figure 7.1. Moyenne des teneurs en Si (%). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.2 Teneurs en Aluminium (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1 (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	3.07	3.16	3.20	3.15	0.06
2	AAS	3	2.98	3.00	3.00	2.99	0.01
3	XRF	3	3.09	3.07	3.06	3.07	0.02
4	AAS	3	3.18	3.14	3.12	3.15	0.03
5	XRF	3	3.30	3.33	3.30	3.31	0.02
6*	INAA	3	2.55	2.54	2.56	2.55	0.01
7	ICPAES	3	2.86	2.87	2.85	2.86	0.01

*: exclu

moyenne 3.09
 écart type 0.15
 IC (95%) 0.15

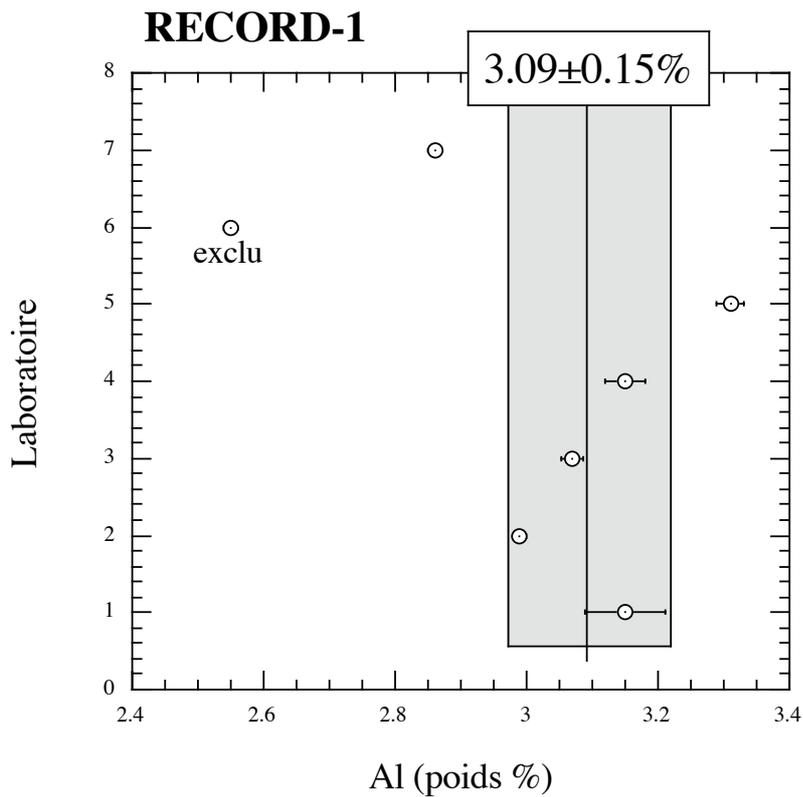


Figure 7.2 Moyenne des teneurs en Al (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.3 Teneurs en Fer (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	2.35	2.54	2.58	2.49	0.12
2	AAS	3	2.83	2.80	2.80	2.81	0.02
3	XRF	3	2.71	2.70	2.70	2.70	0.01
4	AAS	3	2.94	2.90	2.93	2.92	0.02
5	XRF	3	3.30	3.32	3.27	3.30	0.02
6	INAA	3	2.4	2.4	2.4	2.40	0.00
7	ICPAES	3	2.60	2.59	2.60	2.60	0.01

moyenne 2.75
 écart type 0.30
 IC (95%) 0.27

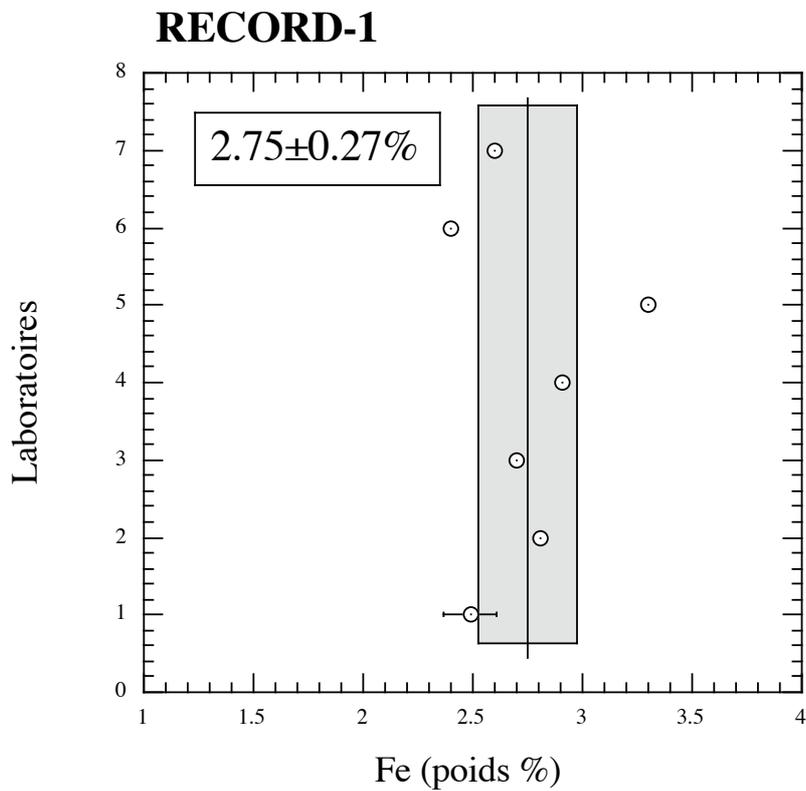


Figure 7.3 Moyenne des teneurs en Fe (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.4 Teneurs en Mg (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1 (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1*	ICPAES	3	1.00	1.17	1.08	<i>1.08</i>	0.08
2	AAS	3	0.87	0.88	0.86	0.87	0.01
3	XRF	3	0.89	0.90	0.90	0.90	0.003
4	AAS	3	0.89	0.89	0.91	0.90	0.01
5	XRF	3	0.98	0.99	0.98	0.98	
6	INAA	3	0.81	0.84	0.76	0.80	0.04
7	ICPAES	3	0.83	0.83	0.86	0.84	0.02

*: exclu

moyenne 0.88
 écart type 0.06
 IC (95%) 0.07

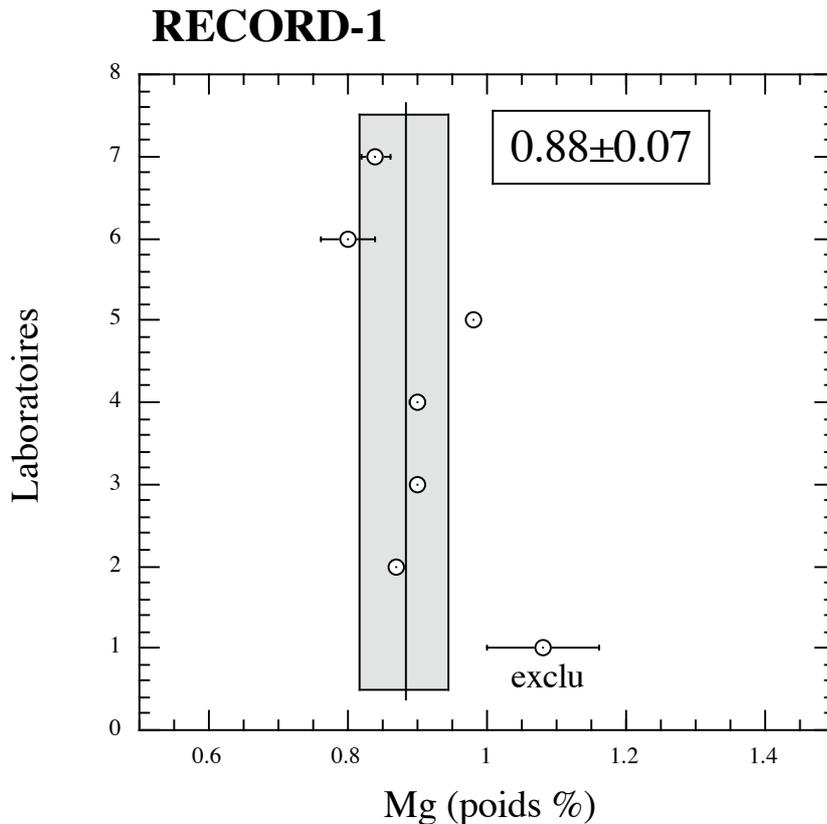


Figure 7.4 Moyenne des teneurs en Mg (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.5 Teneurs en Ca (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	5.55	5.70	5.68	5.65	0.08
2	AAS	3	5.59	5.60	5.55	5.58	0.03
3	XRF	3	5.59	5.58	5.59	5.59	0.004
4	AAS	3	6.09	6.06	5.93	6.03	0.09
5	XRF	3	6.69	6.77	6.65	6.70	0.06
6	INAA	3	4.90	4.90	5.10	4.97	0.12
7	ICPAES	3	5.49	5.50	5.52	5.50	0.01

moyenne 5.72
 écart type 0.53
 IC (95%) 0.48

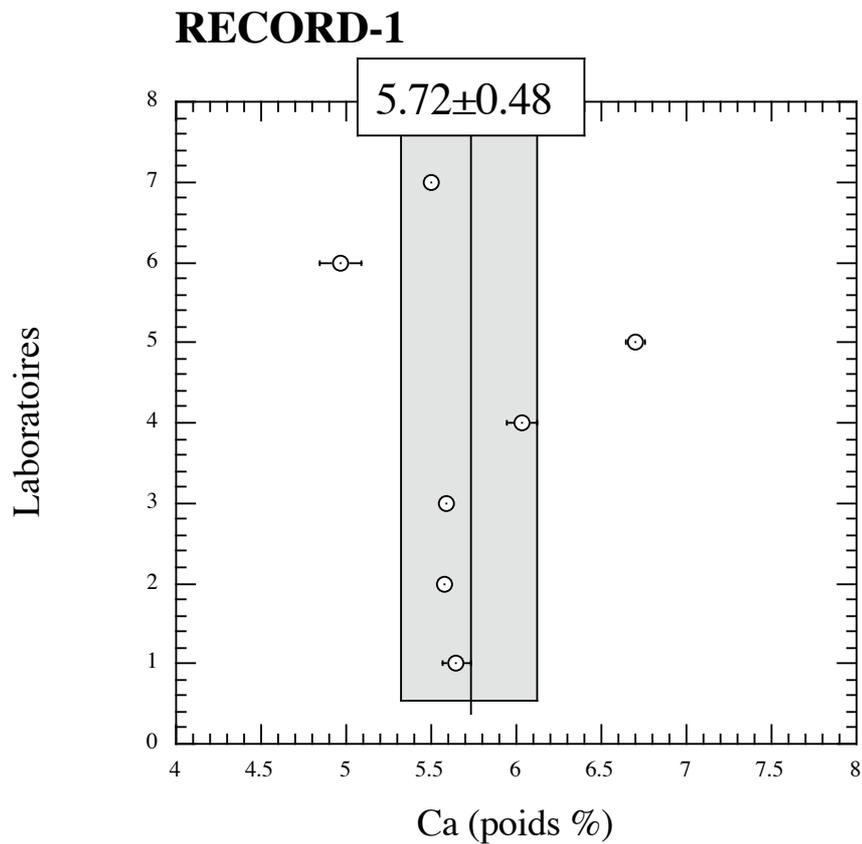


Figure 7.5 Moyenne des teneurs en Ca (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures .

Tableau 7.6 Teneurs en Na (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	18.13	18.23	18.35	18.24	0.11
2	AAS	3	17.78	17.43	17.55	17.59	0.18
3	XRF	3	18.84	18.72	18.73	18.76	0.062
4	AAS	3	19.37	19.30	19.29	19.32	0.04
5	XRF	3	16.72	16.67	17.23	16.87	0.31
6	INAA	3	15.3	15.5	15.8	15.53	0.25
7	ICPAES	3	15.82	15.85	16.01	15.89	0.10

moyenne 17.46
 écart type 1.43
 IC (95%) 1.28

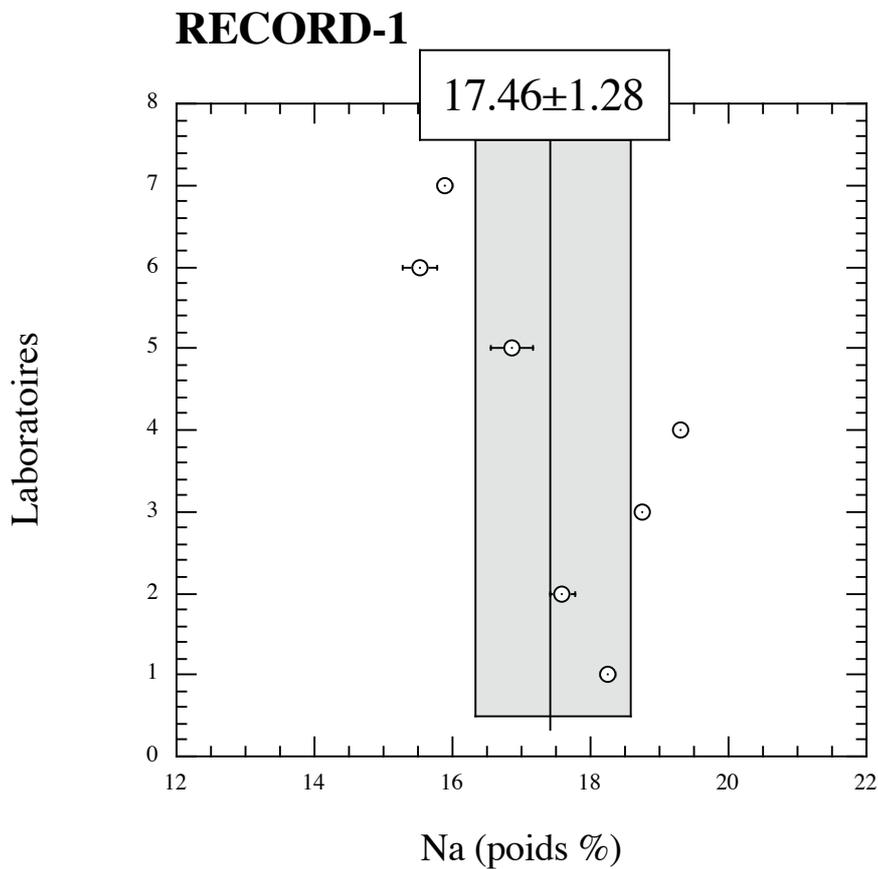


Figure 7.6 Moyenne des teneurs en Na (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.7 Teneurs en K (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1 (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	0.74	0.81	0.77	0.77	0.03
2	AAS	3	0.71	0.71	0.71	0.71	0.005
3	XRF	3	0.82	0.81	0.81	0.82	0.005
4	AAS	3	0.84	0.82	0.82	0.83	0.01
5*	XRF	3	0.54	0.52	0.58	<i>0.55</i>	0.03
6	INAA	3	0.67	0.70	0.64	0.67	0.03
7	ICPAES	3	0.65	0.67	0.71	0.68	0.03

*: exclu

moyenne 0.75
 écart type 0.07
 IC (95%) 0.07

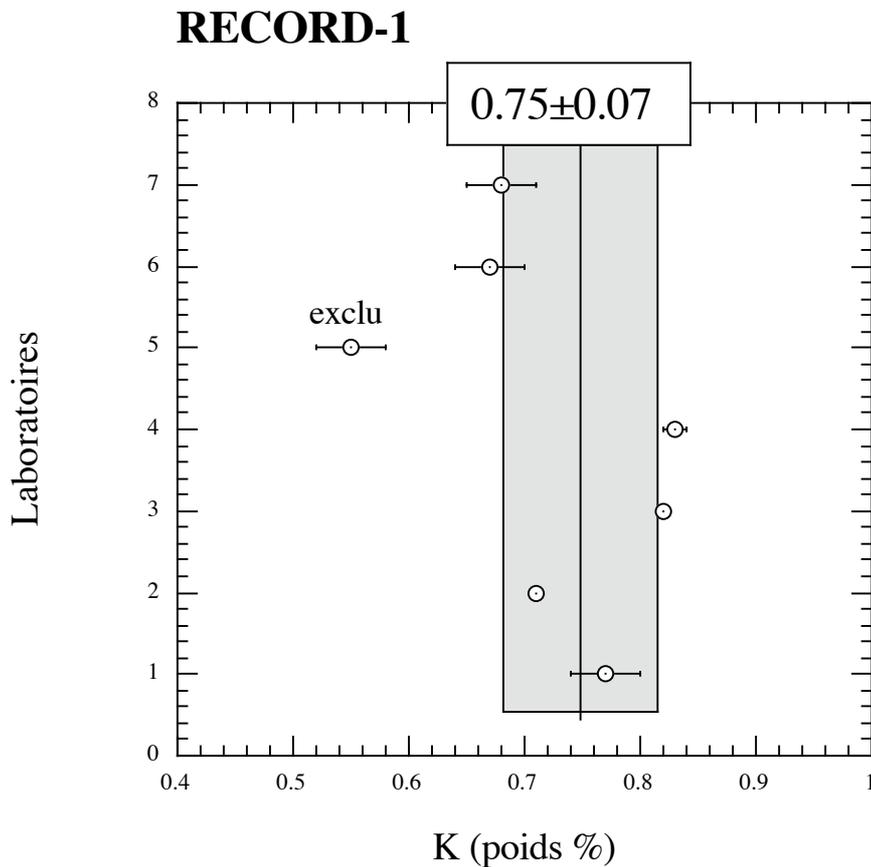


Figure 7.7 Moyenne des teneurs en K (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.8 Teneurs en Ti (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1 (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	1.79	1.86	1.83	1.83	0.04
2	ABS	3	1.88	1.89	1.88	1.88	0.003
3	XRF	3	1.89	1.89	1.89	1.89	
4	AAS	3	1.90	1.90	1.90	1.90	
5*	XRF	3	2.14	2.18	2.13	<i>2.15</i>	0.03
6*	INAA	3	1.55	1.53	1.56	<i>1.55</i>	0.02
7	ICPAES	3	1.81	1.82	1.82	1.82	

*: exclus

moyenne 1.86
 écart type 0.04
 IC (95%) 0.04

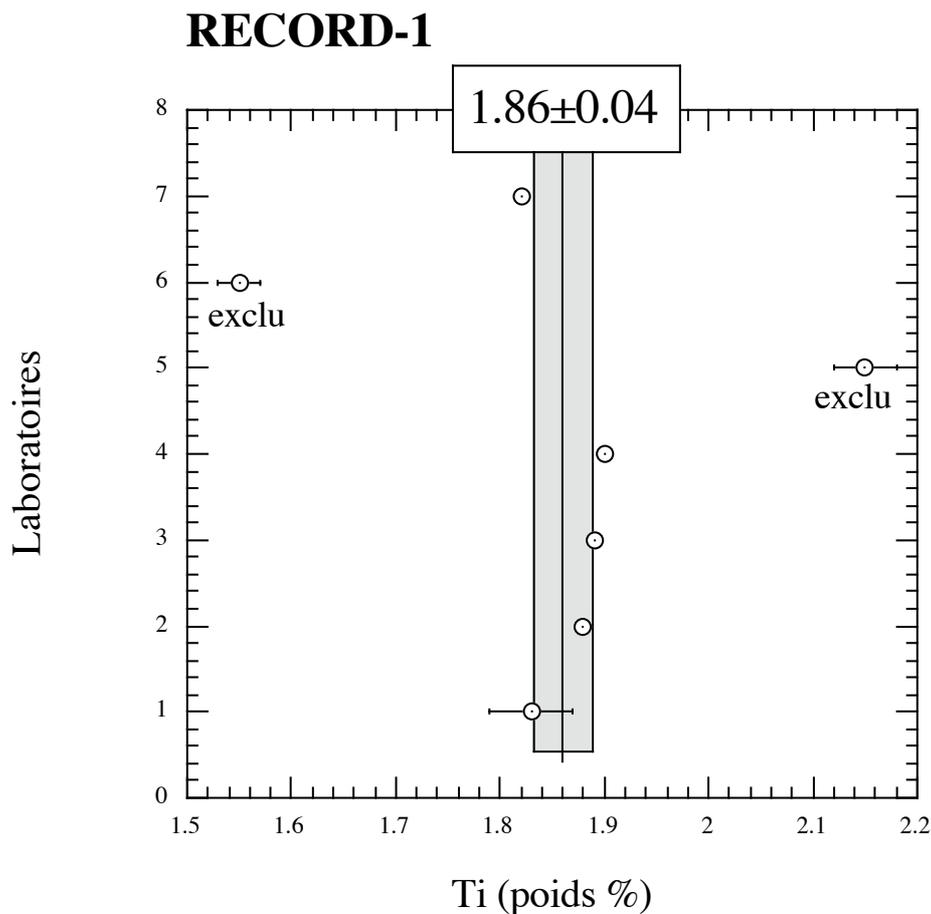


Figure 7.8 Moyenne des teneurs en Ti (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.9 Teneurs en P (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPAES	3	0.42	0.42	0.43	0.42	0.004
2	ABS	3	0.46	0.47	0.47	0.47	0.003
3	XRF	3	0.51	0.51	0.50	0.50	0.003
4	ABS	3	0.48	0.48	0.47	0.47	0.002
5	XRF	3	0.53	0.53	0.53	0.53	0.00
7	ICPAES	3	0.53	0.55	0.58	0.55	0.03

moyenne 0.49
 écart type 0.05
 IC (95%) 0.05

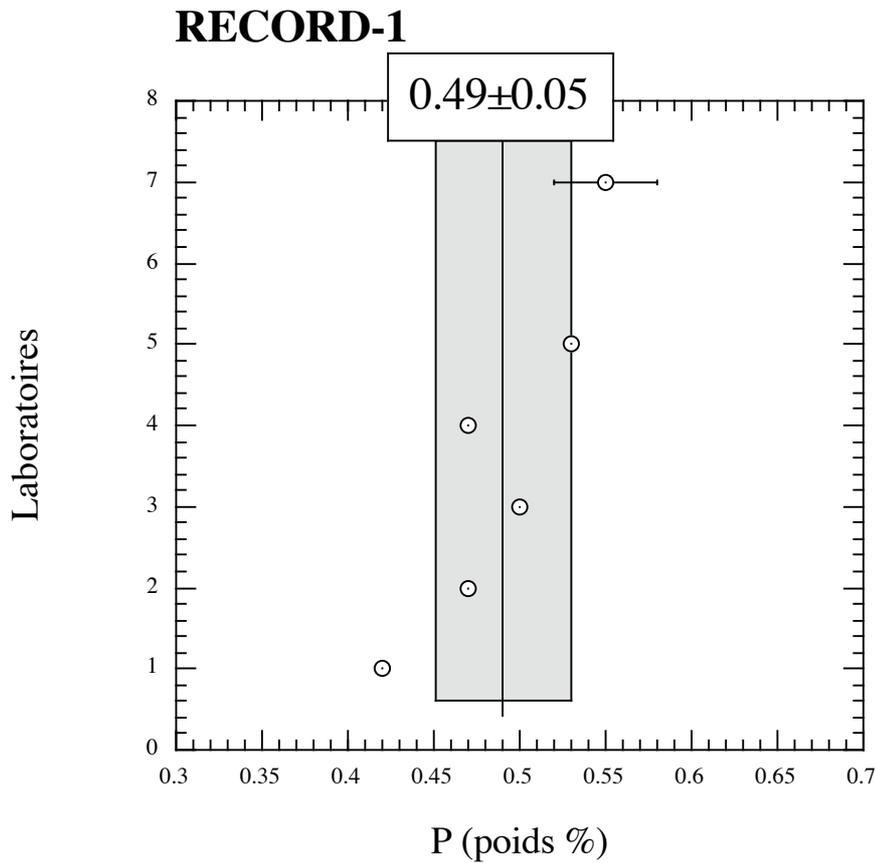


Figure 7.9 Moyenne des teneurs en P (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.10 Teneurs en Ba (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	5995	5948	5931	5958	33
2	AAS	3	6020	6060	6260	6113	129
3	XRF	3	6830	6844	6740	6805	56
5	ICPMS	3	6410	6290	6140	6280	135
6	INAA	3	5854	5921	5878	5884	34
7	ICPAES	3	5594	5612	5726	5644	72

moyenne 6114
 écart type 401
 IC (95%) 401

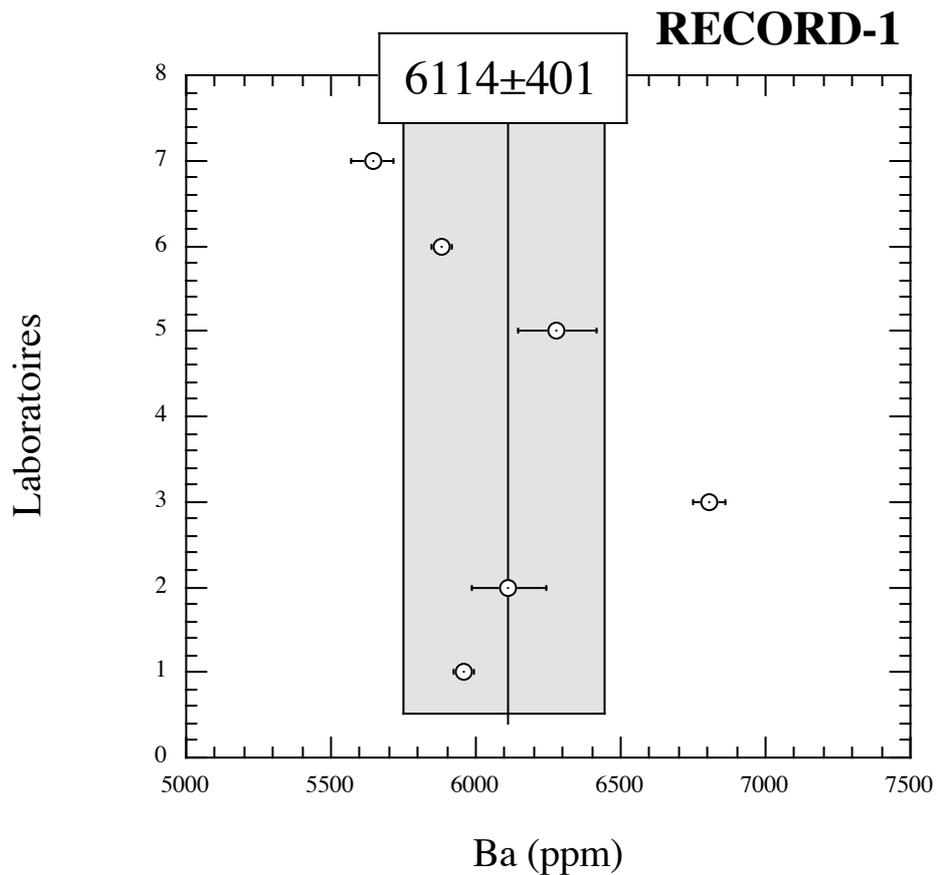


Figure 7.10 Moyenne des teneurs en Ba (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.11 Teneurs en Co (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	77.1	77.8	78.0	77.6	0.5
4	AAS	3	85.0	83.0	85.0	84.3	1.2
5	ICPMS	3	90.9	90.4	87.4	89.6	1.9
6	INAA	3	73.0	73.8	74.8	73.9	0.9
7	ICPMS	3	88.7	89.8	79.5	86.0	5.7
8	INAA	3	85.0	80.0	82.0	82.3	2.5

moyenne 82.3
 écart type 5.7
 IC (95%) 5.7

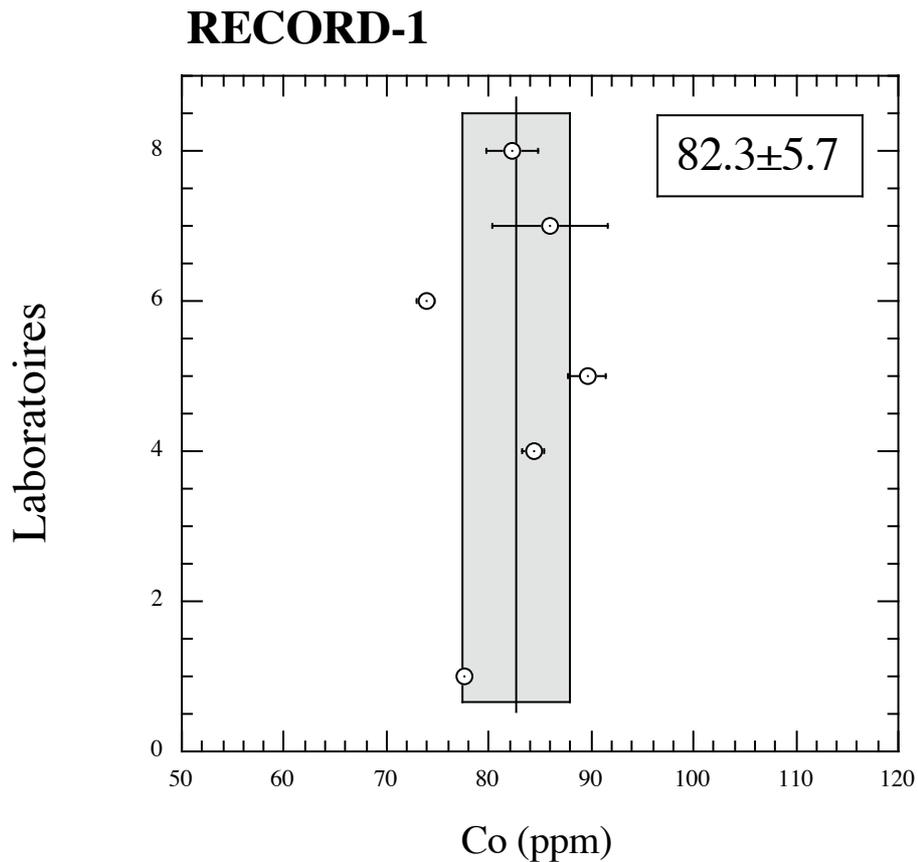


Figure 7.11 Moyenne des teneurs en Co (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.12 Teneurs en Cr (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	1529	1547	1544	1540	10
2	AAS	3	1420	1450	1450	1440	17
3	XRF	3	1490	1452	1314	1419	93
4	AAS	3	1300	1280	1280	1287	12
5	XRF	3	1368	1367	1368	1368	1

moyenne 1411
 écart type 93
 IC (95%) 107

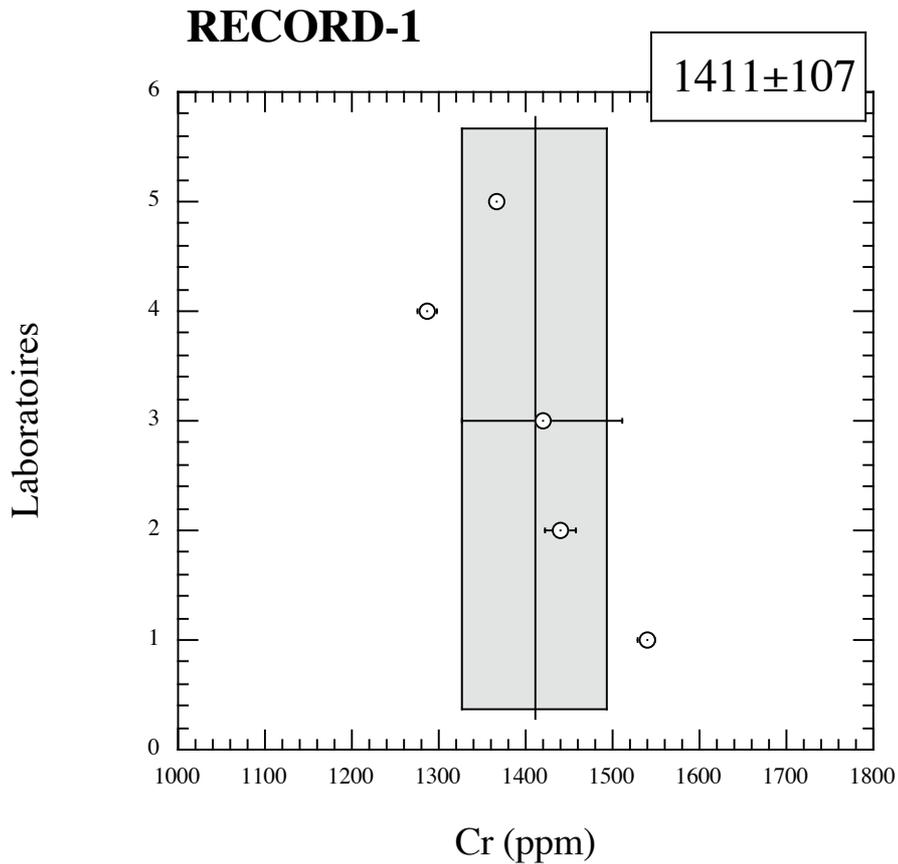


Figure 7.12 Moyenne des teneurs en Cr (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.13 Teneurs en Cu (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1. (les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne).

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	940	929	951	940	11
2	AAS	3	1075	1040	1020	1045	28
3	XRF	3	972	979	952	968	14
4	AAS	3	980	980	1000	987	12
5	ICP-MS	3	983	966	970	973	9
6*	INAA	3	773	797	788	786	12
7	ICPMS	3	1060	1040	924	1008	73

*: exclu

moyenne 987
 écart type 36
 IC (95%) 36

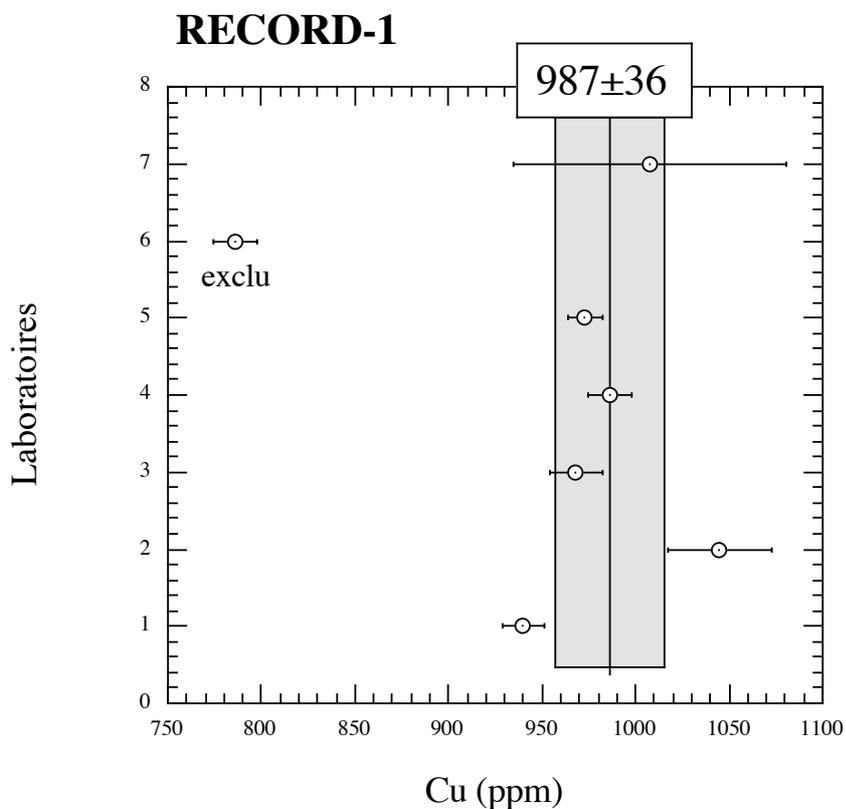


Figure 7.13 Moyenne des teneurs en Cu (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.14 Teneurs en Ni (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	1498	1424	1478	1467	38
2	AAS	3	1570	1570	1530	1557	23
3	XRF	3	1325	1316	1285	1309	21
4	AAS	3	1610	1510	1610	1577	58
5	ICP-MS	3	1660	1630	1630	1640	17
6	INAA	3	1508	1530	1546	1528	19
7	ICPMS	3	1720	1800	1540	1687	133

moyenne 1538
 écart type 124
 IC (95%) 110

RECORD-1

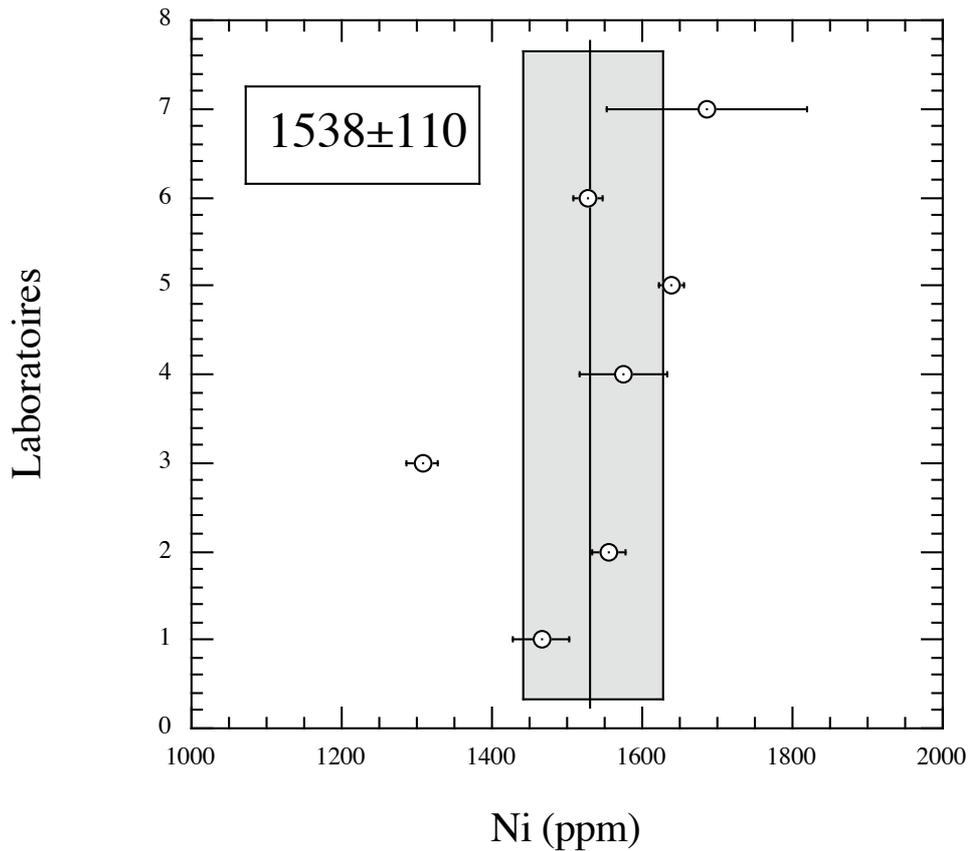


Figure 7.14 Moyenne des teneurs en Ni (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.15 Teneurs en Pb (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	1405	1375	1387	1389	15
2	AAS	3	1565	1600	1620	1595	28
4	AAS	3	1640	1580	1580	1600	35
5	ICPMS	3	1520	1490	1450	1487	35
7	ICPMS	3	1510	1520	1340	1457	101

moyenne 1506
 écart type 91
 IC (95%) 105

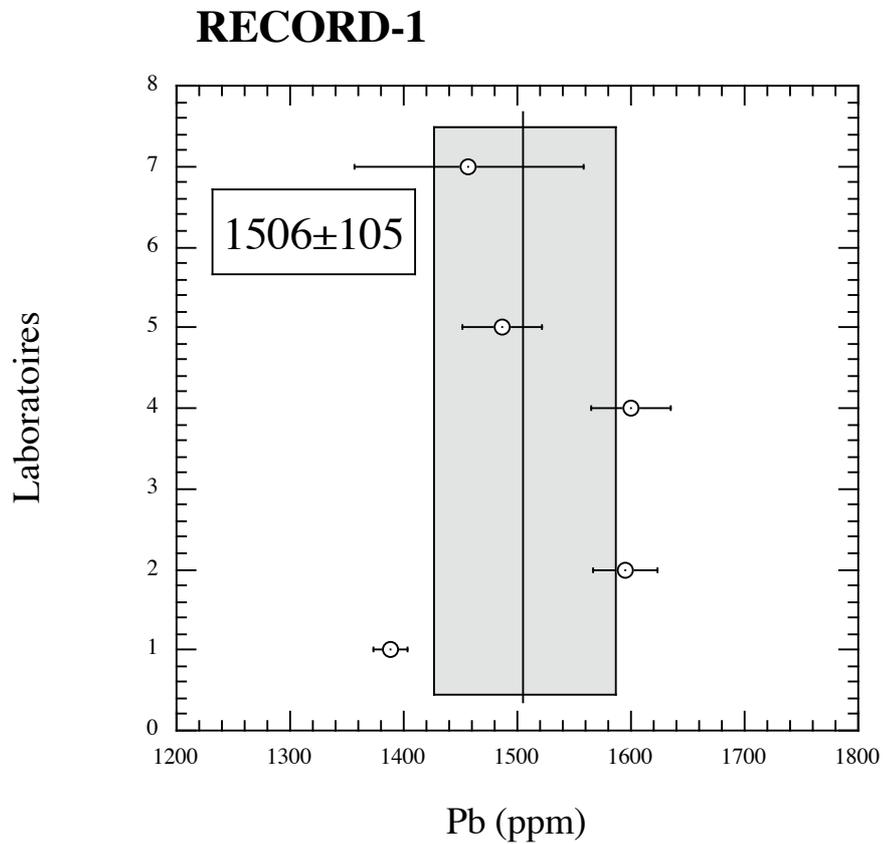


Figure 7.15 Moyenne des teneurs en Pb (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.16 Teneurs en Zn (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	écart type
1	ICPMS	3	6047	6000	6036	6028	25
2	AAS	3	6475	6340	6420	6412	68
3	XRF	3	6240	6248	6304	6264	35
4	AAS	3	6600	6600	6600	6600	
5	ICP-MS	3	6540	6410	6230	6393	156
6	INAA	3	5672	5723	5822	5739	76
7	ICPMS	3	5830	5710	5710	5750	69

moyenne 6169
 écart type 338
 IC (95%) 301

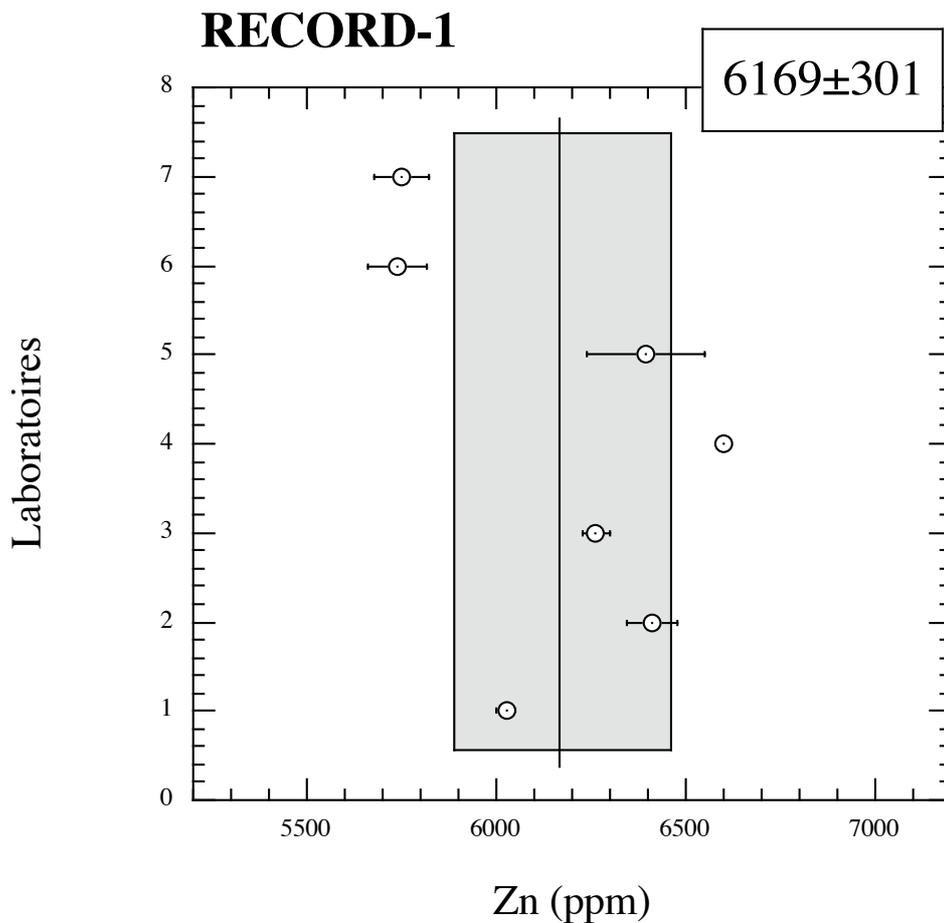


Figure 7.16 Moyenne des teneurs en Zn (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.17 Teneurs en Si (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	0.83	0.81	0.81	0.82	0.01
2	AAS	3	0.795	0.790	0.785	0.790	0.005
4	AAS	3	0.81	0.80	0.80	0.80	0.006
5	XRF	3	0.911	0.921	0.804	0.879	0.065
7	ICPAES	3	0.841	0.963	0.869	0.891	0.064

moyenne 0.836
 écart type 0.046
 IC (95%) 0.053

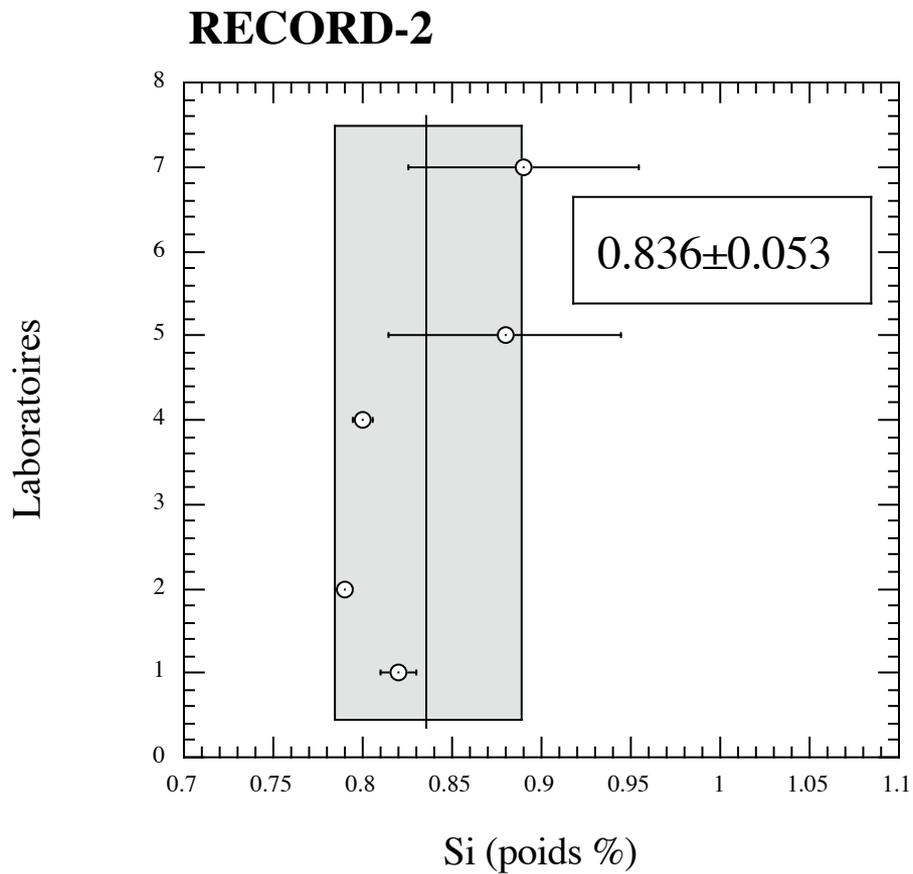


Figure 7.17 Moyenne des teneurs en Si (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.18 Teneurs en Al (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	1.42	1.31	1.40	1.38	0.06
2	AAS	3	1.19	1.19	1.20	1.19	0.003
4	ABS	3	1.14	1.08	1.10	1.11	0.03
5	XRF	3	1.42	1.43	1.29	1.38	0.08
6	INAA	3	1.13	1.15	1.14	1.14	0.01
7	ICPAES	3	1.25	1.34	1.22	1.27	0.07

moyenne 1.24
 écart type 0.12
 IC (95%) 0.12

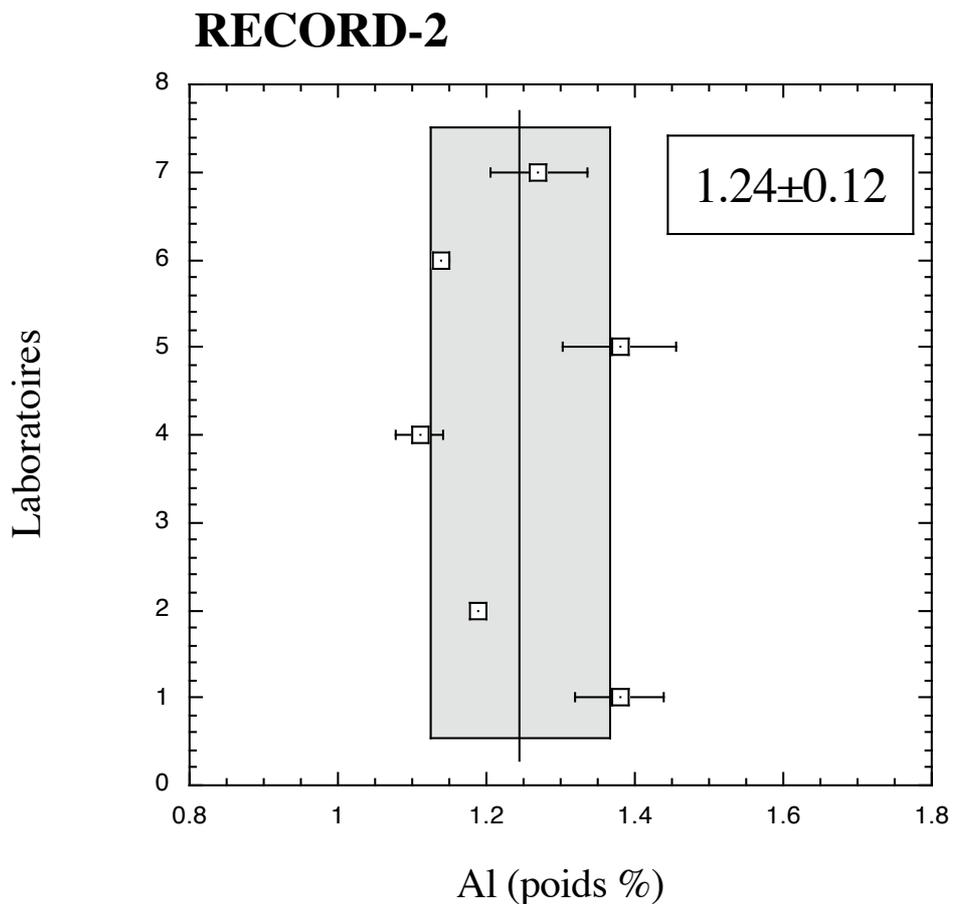


Figure 7.18 Moyenne des teneurs en Al (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.19 Teneurs en Fe (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	70.75	70.79	70.57	70.70	0.12
2	AAS	3	69.61	69.79	69.95	69.78	0.17
4	AAS	3	68.99	68.77	68.99	68.92	0.13
5	XRF	3	70.08	69.94	70.15	70.06	0.11
6*	INAA	3	64.50	63.20	63.80	63.83	0.65
7	ICPAES	3	70.45	70.89	70.36	70.57	0.28

*: exclu

moyenne 70.0
 écart type 0.7
 IC (95%) 0.8

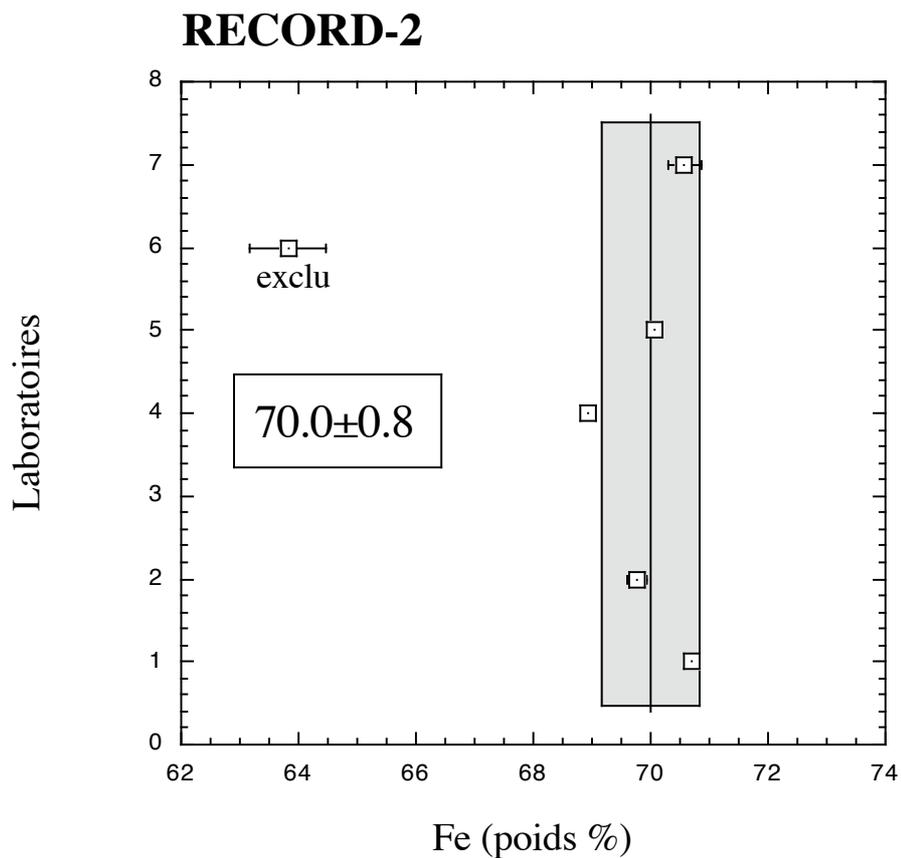


Figure 7.19 Moyenne des teneurs en Fe (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.20 Teneurs en Mn (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	0.64	0.62	0.63	0.63	0.01
2	AAS	3	0.62	0.60	0.62	0.61	0.009
4	AAS	3	0.59	0.59	0.59	0.59	
5	XRF	3	0.57	0.57	0.56	0.57	0.008
6	INAA	3	0.56	0.56	0.56	0.56	
7	ICPAES	3	0.59	0.60	0.57	0.58	0.016

moyenne 0.59
 écart type 0.03
 IC (95%) 0.03

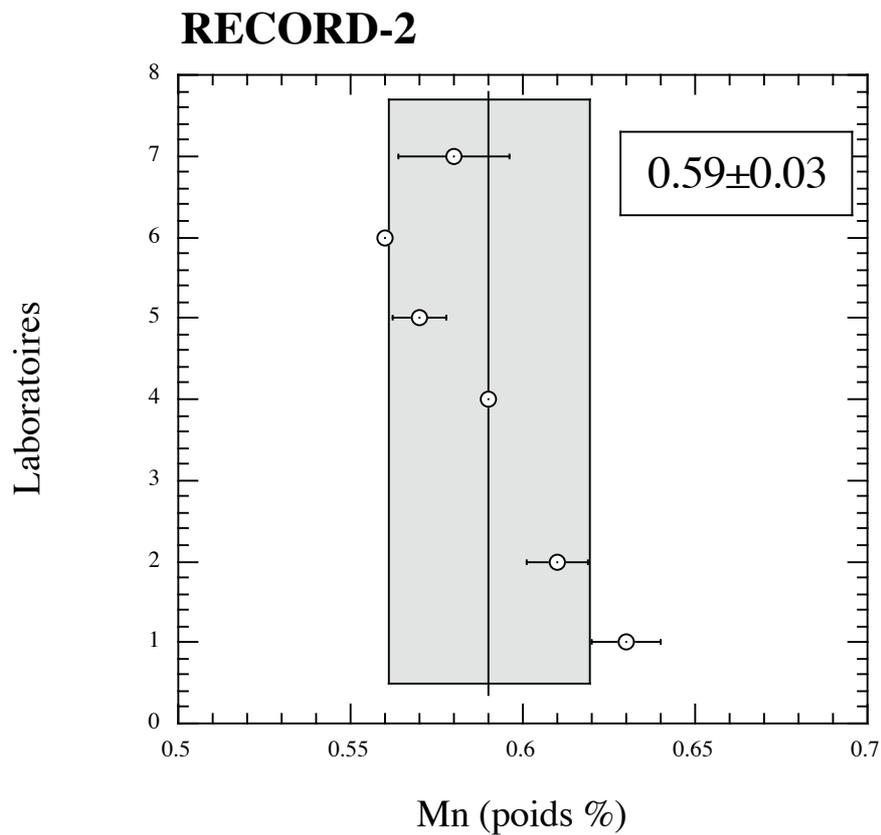


Figure 7.20 Moyenne des teneurs en Mn (% poids). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.21 Teneurs en As (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	68.2	68.0	69.5	68.6	0.8
5	ICPMS	3	62.0	56.0	59.0	59.0	3.0
6	INAA	3	64.4	68.1	68.2	66.9	2.2
7	ICPMS	3	65.7	64.7	58.0	62.8	4.2
8	INAA	3	68.8	68.4	68.2	68.5	0.3

moyenne 65.2
 écart type 4.2
 IC (95%) 4.8

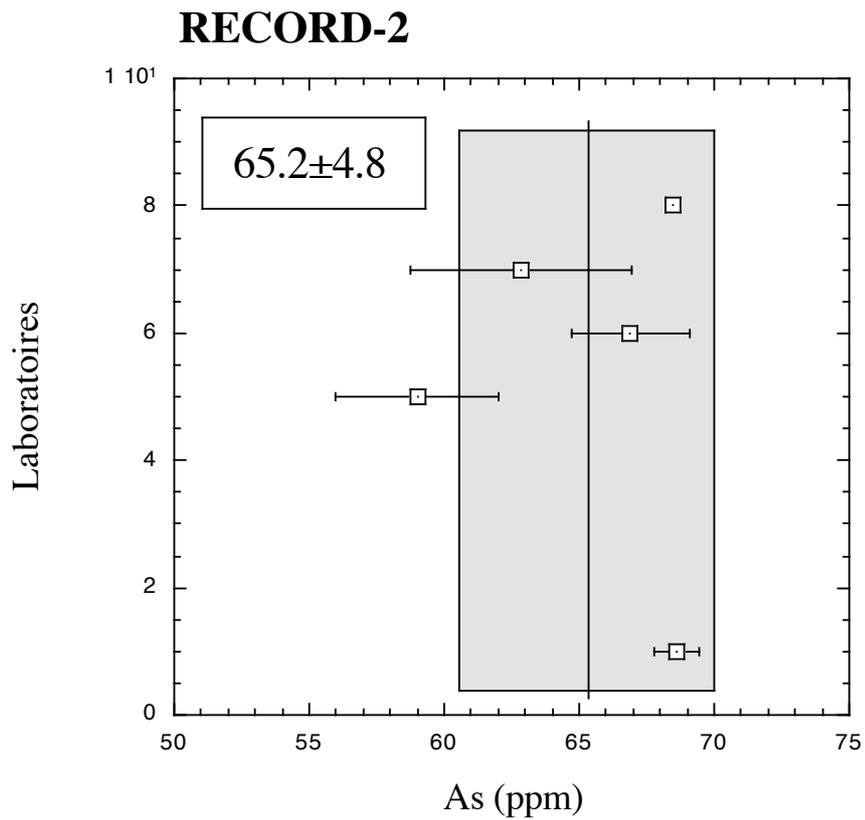


Figure 7.21 Moyenne des teneurs en As (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.22 Teneurs en Co (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	64.0	62.8	64.7	63.8	0.9
4	AAS	3	58.0	59.0	57.0	58.0	1.0
5	ICPMS	3	56.1	53.5	56.1	55.2	1.5
6	INAA	3	60.0	59.3	60.2	59.8	0.5
7	ICPMS	3	65.7	66.4	64.2	65.4	1.2
8	INAA	3	62.0	67.0	65.0	64.7	2.5

moyenne 61.2
 écart type 4.1
 IC (95%) 4.1

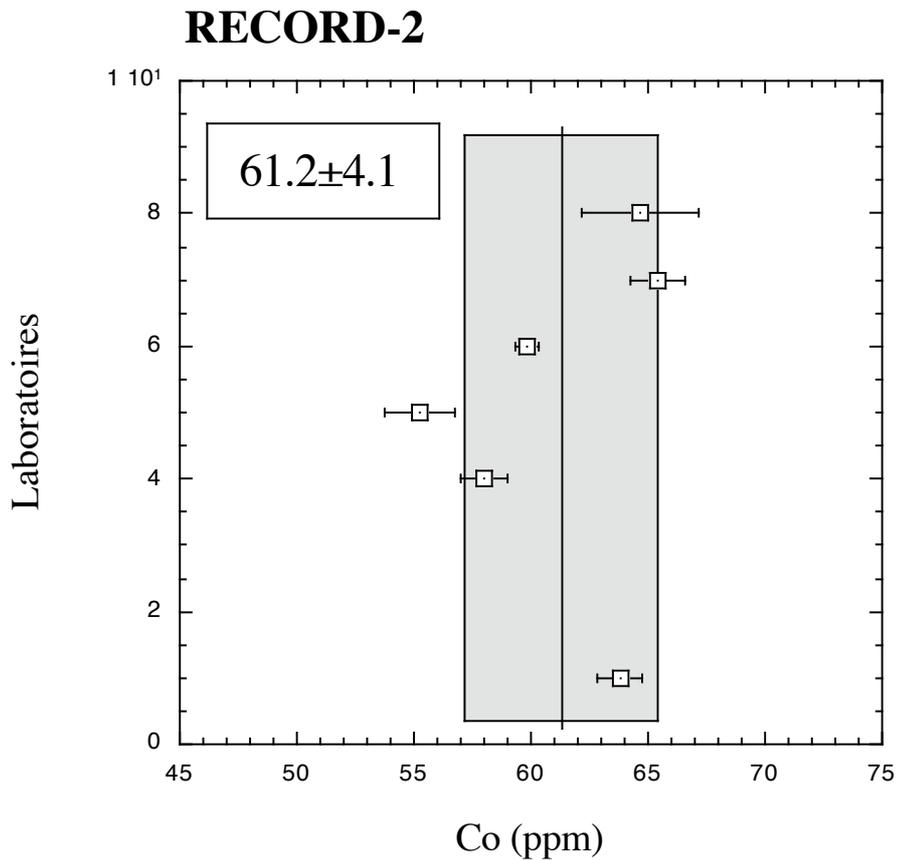


Figure 7.22 Moyenne des teneurs en Co (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.23 Teneurs en Cr (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	8485	8434	8504	8474	36
2	AAS	3	8550	8460	8440	8483	59
4	AAS	3	8700	8700	8400	8600	173
5*	XRF	3	6842	6774	7184	6933	220
6	INAA	3	8100	7800	8000	7967	153

*: exclu

moyenne 8381
 écart type 282
 IC (95%) 392

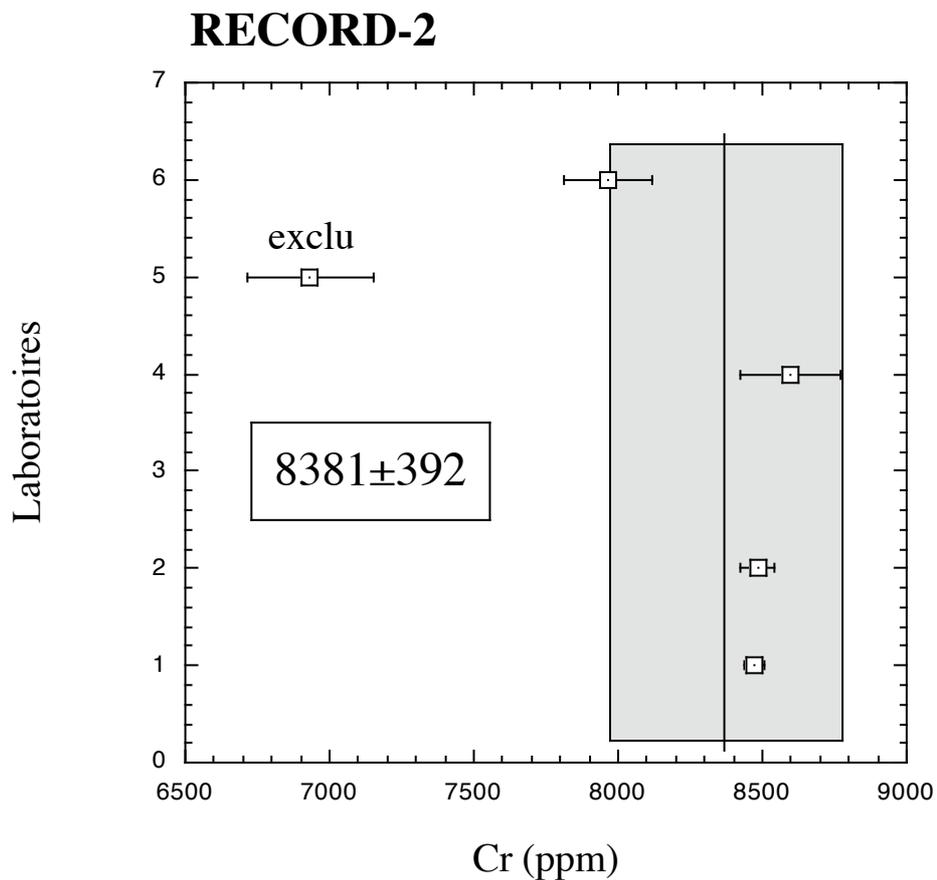


Figure 7.23 Moyenne des teneurs en Cr (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.24 Teneurs en Cu (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	1106	1084	1098	1096	11
2	AAS	3	1175	1200	1180	1185	13
4	AAS	3	1060	1060	1070	1063	6
5*	ICPMS	3	916	910	917	914	4
6	INAA	3	1223	1214	1260	1232	24
7	ICPMS	3	1230	1210	1200	1213	15

*: exclu

moyenne 1158
 écart type 74
 IC (95%) 85

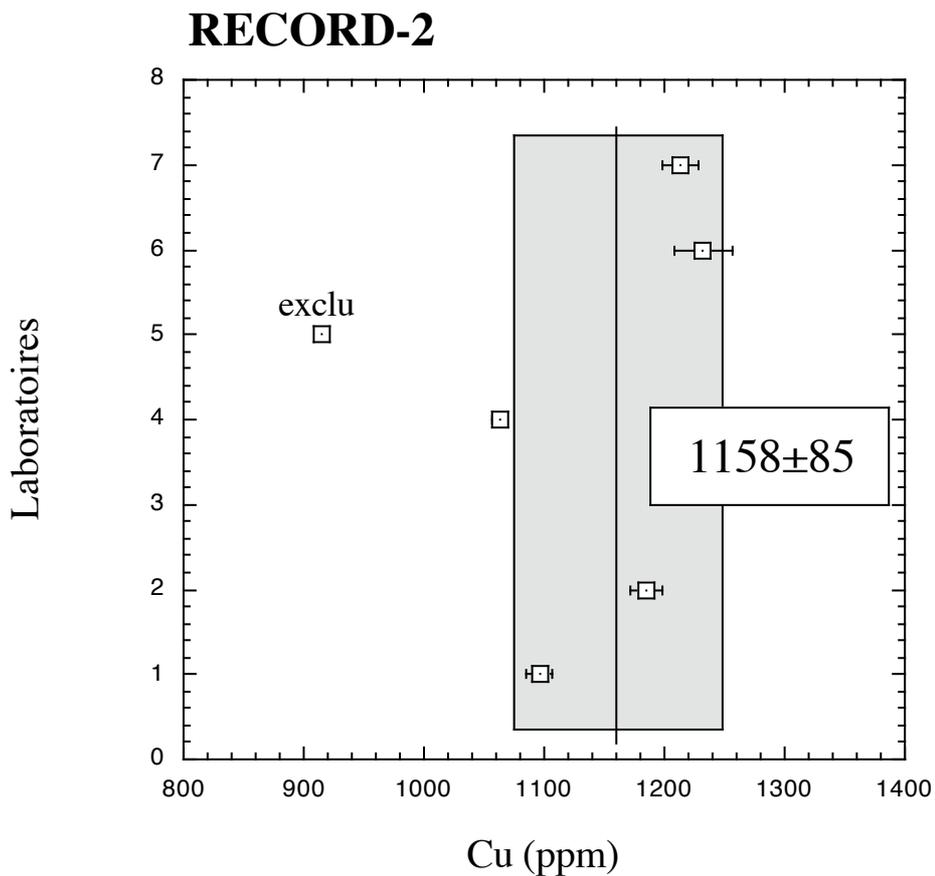


Figure 7.24 Moyenne des teneurs en Cu (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.25 Teneurs en Mo (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	547	531	534	537	8
4	AAS	3	482	456	485	474	16
5	ICPMS	3	479	476	459	471	11
6	INAA	3	475	526	526	509	29
7	ICPMS	3	596	595	567	586	16
8	INAA	3	460	460	480	467	12

moyenne 507
 écart type 47
 IC (95%) 48

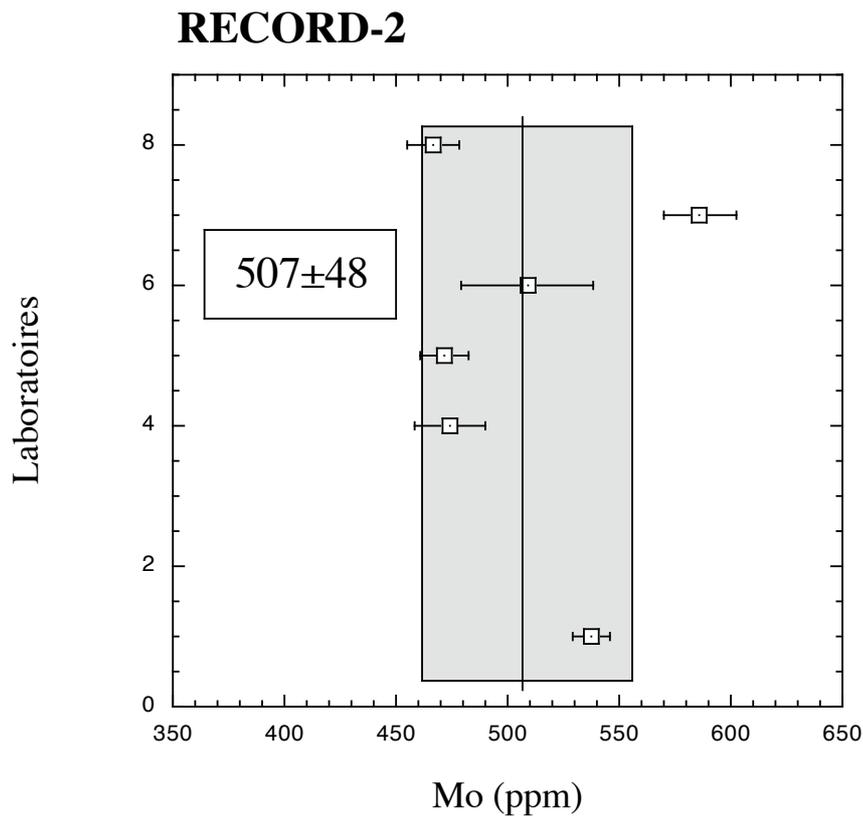


Figure 7.25 Moyenne des teneurs en Mo (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.26 Teneurs en Ni (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	1696	1655	1718	1690	32
2	AAS	3	1670	1680	1690	1680	10
4*	AAS	3	1370	1480	1360	1403	67
5	ICPMS	3	1610	1600	1640	1617	21
6	INAA	3	1536	1634	1611	1594	51
7	ICPMS	3	1780	1790	1750	1773	21
8	INAA	3	1770	1830	1850	1817	42

*: exclu

moyenne 1695
 écart type 87
 IC (95%) 87

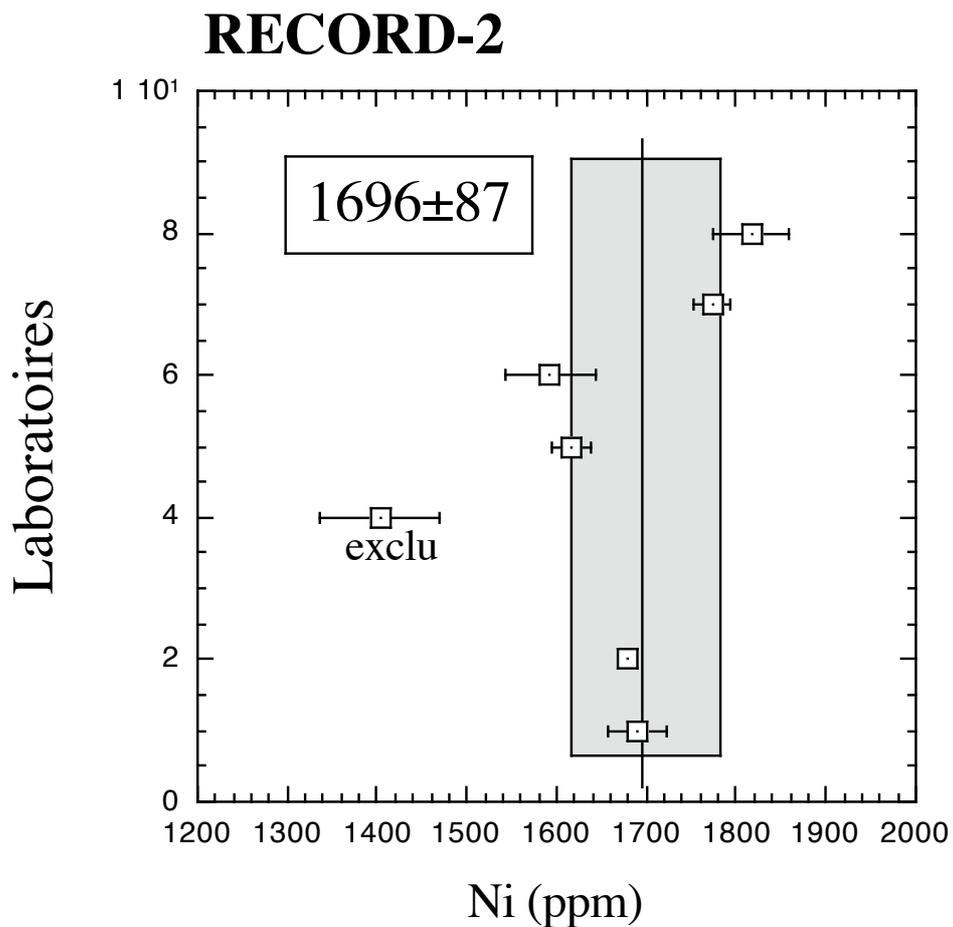


Figure 7.26 Moyenne des teneurs en Ni (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.27 Teneurs en Sb (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	10.50	10.10	9.89	10.16	0.31
5	HAAAS	3	9.9	9.8	9.2	9.63	0.38
6	INAA	3	9.3	9.7	9.9	9.63	0.31
7*	ICPMS	3	13.21	13.42	13.02	13.22	0.20
8	INAA	3	10.6	10.6	11.0	10.73	0.23

*: exclu

moyenne 10.04
 écart type 0.52
 IC (95%) 0.67

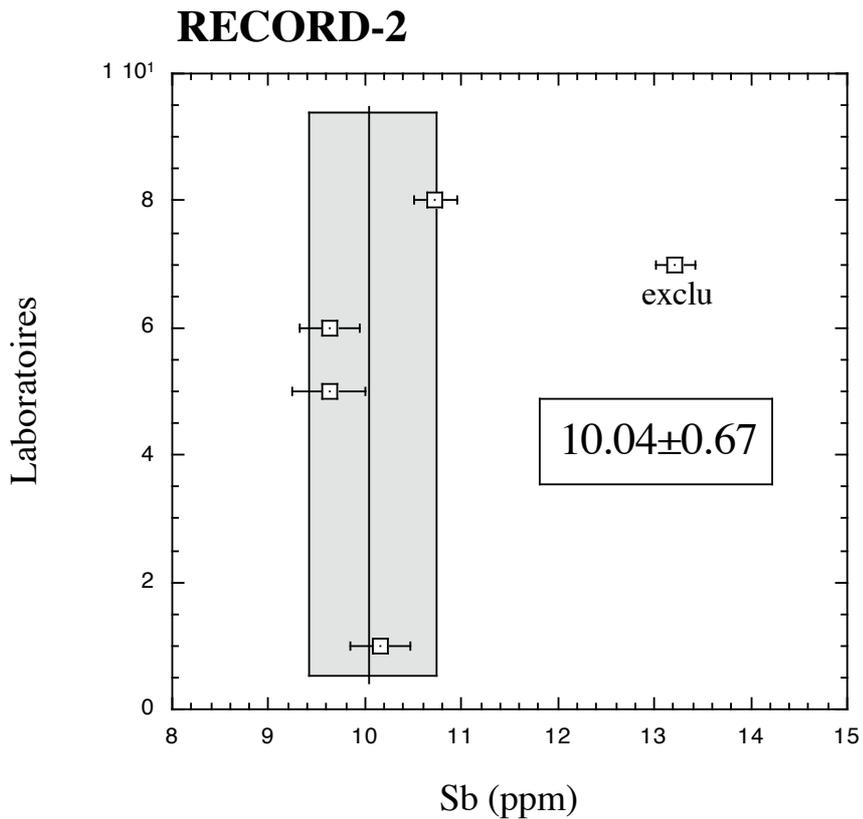


Figure 7.27 Moyenne des teneurs en Sb (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

Tableau 7.28 Teneurs en V (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2.

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	143.1	146.0	147.0	145.4	2.0
5	ICPMS	3	126.0	123.0	124.0	124.3	1.5
6	INAA	3	136.0	138.0	141.0	138.3	2.5
7	ICPAES	3	141.8	138.2	134.5	138.1	3.6

moyenne 136.5
 écart type 8.8
 IC (95%) 12.2

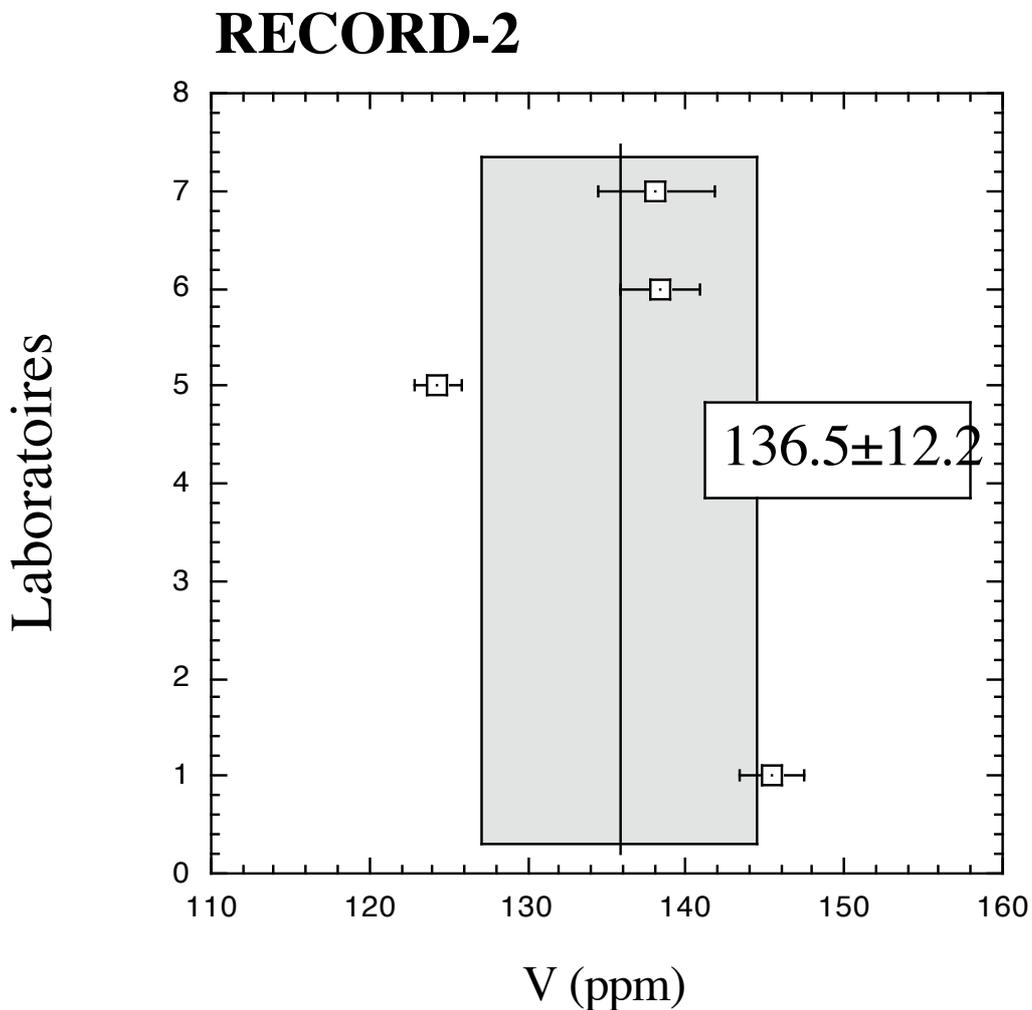


Figure 7.28 Moyenne des teneurs en V (ppm). La barre d'erreur représente l'écart type sur 3 mesures.

8. ANNEXE III

Les tableaux 8.1 à 8.30 de l'annexe III rapportent les résultats d'analyses obtenus par les différents laboratoires pour les éléments des classes 2 (valeurs indicatives) et 3 (autres valeurs). Les valeurs en italique ne sont pas incluses dans le calcul de moyenne.

8.1 Valeurs indicatives classe 2

Tableau 8.1 Teneurs en C total (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	LECO	3	4.51	4.54	4.48	4.51	0.03
5	LECO	3	4.79	4.76	4.70	4.75	0.05
7	ELTRA	3	4.90	4.95	4.95	4.93	0.03

moyenne 4.73

écart type 0.21

IC (95%) 0.39

Tableau 8.2 Teneurs en Mn (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
□							□
1	ICPAES	3	0.10	0.11	0.11	0.11	0.004
2	AAS	3	0.12	0.12	0.11	0.12	0.008
3	XRF	3	0.09	0.08	0.08	0.08	0.004
4	AAS	3	0.11	0.10	0.10	0.10	0.006
5	XRF	3	0.13	0.13	0.13	0.13	□
6	INAA	3	0.093	0.093	0.093	0.09	□
7	ICPAES	3	0.10	0.10	0.10	0.10	□

moyenne 0.104

écart type 0.016

IC (95%) 0.015

Tableau 8.3 Teneurs en C organique (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	LECO	3	1.78	1.82	1.79	1.80	0.021
5	IMCP	3	1.78	1.8	1.74	1.77	0.03
7	ELTRA	3	1.82	1.83	1.84	1.83	0.01

moyenne 1.80

écart type 0.03

IC (95%) 0.05

Tableau 8.4 Teneurs en Br (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
5	INAA	3	1550	1530	1550	1543	12
6	INAA	3	1696	1714	1715	1708	11
7	INAA	3	1740	1790	1780	1770	26

moyenne 1674
 écart type 117
 IC (95%) 215

Tableau 8.5 Teneurs en Mo (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	138	136	135	136	2
4	AAS	3	163	161	163	162	1
5	ICPMS	3	150	148	145	148	3
6	INAA	3	124	124	123	124	0
7	ICPMS	3	123	127	104	118	13

moyenne 138
 écart type 18
 IC (95%) 20

Tableau 8.6 Teneurs en Sb (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	96.1	92.1	92.2	93.5	2.3
5	HAAAS	3	90.0	87.8	89.9	89.2	1.2
6	INAA	3	85.6	87.1	86.6	86.4	0.8

moyenne 89.7
 écart type 3.5
 IC (95%) 6.5

Tableau 8.7 Teneurs en V (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	85.5	87.0	92.1	88.2	3.5
5*	ICPMS	3	105.0	106.0	99.0	103.3	3.8
6	INAA	3	83.9	83.6	78.2	81.9	3.2
7	ICPAES	3	87.0	87.0	82.0	85.3	2.9

*: exclu

moyenne 85.1
 écart type 3.1
 IC (95%) 5.8

Tableau 8.8 Teneurs en K (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	0.07	0.06	0.04	0.06	0.01
2	AAS	3	0.05	0.05	0.05	0.05	
4	AAS	3	0.05	0.05	0.05	0.05	0.001
5*	XRF	3	0.08	0.08	0.07	0.08	0.005
6	INAA	3	0.047	0.042	0.043	0.044	0.003

*: exclu

moyenne 0.049
 écart type 0.006
 IC (95%) 0.0

Tableau 8.9 Teneurs en Ba (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	50.0	48.0	53.5	50.5	2.8
5	ICPMS	3	44.5	45.7	43.6	44.6	1.1
6	INAA	3	50.8	41.5	44.6	45.6	4.7
7*	ICPAES	3	65.0	64.0	60.0	63.0	2.6

*: exclu

moyenne 46.9
 écart type 3.2
 IC (95%) 5.8

Tableau 8.10 Teneurs en V (ppm) obtenues pour MATREF-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	10.2	10.4	10.3	10.3	0.1
5	ICPMS	3	9.0	11.0	10.0	10.0	1.0
7	ICPAES	3	11.1	10.6	10.4	10.7	0.4

moyenne 10.3

écart type 0.3

IC (95%) 0.6

Tableau 8.11 Teneurs en Se (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	AAS	3	1.09	0.94	0.99	1.01	0.08
5	HAAAS	3	1.30	1.20	1.30	1.27	0.06
7	ICPMS	3	1.16	1.13	1.30	1.20	0.09

moyenne 1.16

écart type 0.13

IC (95%) 0.25

Tableau 8.12 Teneurs en W (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	9.3	9.1	9.1	9.2	0.1
6	INAA	3	8.5	9.0	9.0	8.8	0.3
7	INAA	3	9.0	8.0	9.0	8.7	0.6

moyenne 8.9

écart type 0.3

IC (95%) 0.5

8.2 Autres valeurs classe 3

Tableau 8.13 Teneurs en H₂O+ (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	Karl-Fisher	3	0.42	0.43	0.42	0.42	0.01
7	GRAVI	3	0.67	0.67	0.51	0.62	0.09

moyenne 0.52
écart type 0.14

Tableau 8.14 Teneurs en S total (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	LECO	3	1.79	1.77	1.74	1.77	0.025
3	XRF	3	1.91	1.86	1.84	1.87	0.04
4	GRAVI	3	1.95	1.96	1.97	1.96	0.010
5	LECO	3	1.43	1.44	1.48	1.45	0.03
7	ELTRA	3	1.33	1.26	1.34	1.31	0.04

moyenne 1.67
écart type 0.28

Tableau 8.15 Teneurs en Cl (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	ABS	3	7.33	7.41	7.28	7.34	0.07
6	INAA	3	6.30	6.40	6.30	6.33	0.06
7	INAA	3	12.24	12.66	12.80	12.57	0.29

moyenne 8.75
écart type 3.35

Tableau 8.16 Teneurs en F (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	SPEL	3	0.13	0.13	0.13	0.13	
5	SPEL	3	0.162	0.161	0.162	0.162	0.001
7	SPEL	3	0.15	0.14	0.15	0.15	0.01

moyenne 0.15
écart type 0.02

Tableau 8.17 Teneurs en I (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
6	INAA	3	684	683	688	685	3
7	INAA	3	860	916	847	874	37

moyenne 780
écart type 134

Tableau 8.18 Teneurs en As (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	19.0	19.6	19.9	19.5	0.5
6	INAA	3	18.0	17.9	18.3	18.1	0.2
7	ICPMS	3	10.9	9.7	6.5	9.0	2.3

moyenne 15.5
écart type 5.7

Tableau 8.19 Teneurs en Cd (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	5.6	5.9	5.4	5.6	0.3
5	ICPMS	3	5.9	5.4	5.6	5.6	0.3
7	ICPMS	3	7.3	7.3	6.3	7.0	0.6

moyenne 6.1
écart type 0.8

Tableau 8.20 Teneurs en Hg (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	HAAAS	3	7.2	7.0	7.1	7.1	0.1
5	HAAAS	2	6.6	5.4		6.0	0.9
6	INAA	3	5.8	5.8	6.0	5.9	0.1
7	HAAAS	3	4.3	4.2	4.1	4.2	0.1

moyenne 5.8
écart type 1.2

Tableau 8.21 Teneurs en Se (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	AAS	3	1.11	1.10	1.08	1.10	0.015
7	ICPMS	3	1.9	1.9	1.5	1.77	0.20

moyenne 1.43
écart type 0.47

Tableau 8.22 Teneurs en Te (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
7	ICPMS	3	0.11	0.13	0.16	0.13	0.03

Tableau 8.23 Teneurs en Tl (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-1

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
5	ICPMS	2	0.5	0.5	0.5	0.50	
7	ICPMS	3	0.66	0.67	0.59	0.64	0.04

moyenne 0.57
écart type 0.10

Tableau 8.24 Teneurs en Mg (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1*	ICPAES	3	0.31	0.45	0.31	0.36	0.08
2	AAS	3	0.08	0.08	0.08	0.08	
4	AAS	3	0.08	0.08	0.08	0.08	0.001
5	XRF	2	0.10	0.10	0.10	0.10	
7	ICPAES	3	0.07	0.10	0.08	0.084	0.012

*: exclu

moyenne 0.085
écart type 0.012

Tableau 8.25 Teneurs en Ca (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	AAS	3	0.13	0.13	0.12	0.13	0.004
4	AAS	3	0.11	0.09	0.12	0.11	0.02
5	XRF	2	0.16	0.19	0.15	0.17	0.02
6	INAA	3	0.13	0.11	0.14	0.13	0.02
7	ICPAES	3	0.16	0.19	0.17	0.17	0.01

moyenne 0.14
écart type 0.03

Tableau 8.26 Teneurs en Na (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPAES	3	0.18	0.04	0.09	0.10	0.07
2	AAS	3	0.11	0.11	0.11	0.11	
4	AAS	3	0.16	0.15	0.14	0.15	0.012
5	XRF	2	0.13	0.20	0.07	0.13	0.063
6	INAA	3	0.098	0.096	0.097	0.097	0.001
7	ICPAES	3	0.14	0.12	0.28	0.18	0.089

moyenne 0.13
écart type 0.03

Tableau 8.27 Teneurs en Ti (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	AAS	3	0.030	0.036	0.030	0.032	0.003
4	AAS	3	0.019	0.019	0.018	0.019	0.001
5	XRF	2	0.030	0.042	0.036	0.036	0.006
7	ICPAES	3	0.026	0.020	0.014	0.020	0.006

moyenne 0.027

écart type 0.009

Tableau 8.28 Teneurs en S total (% poids) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
2	LECO	3	0.167	0.168	0.169	0.168	0.001
4	GRAVI	3	0.03	0.03	0.04	0.033	0.006
5	LECO	2	0.02	0.02	0.02	0.02	
7	ELTRA	3	0.06	0.05	0.06	0.057	0.006

moyenne 0.070

écart type 0.067

Tableau 8.29 Teneurs en Cd (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	0.91	0.80	0.66	0.79	0.13
5	ICPMS	2	0.7	0.9	0.9	0.83	0.115

moyenne 0.81

écart type 0.03

Tableau 8.30 Teneurs en Sn (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	54.2	52.5	53.3	53.3	0.9
5	ICPMS	2	52.0	50.0	49.0	50.3	1.5

moyenne 51.8

écart type 2.1

Tableau 8.31 Teneurs en Sr (ppm) obtenues pour RE.CO.R.D.-2

# labo	méthode	N essai	essai 1	essai 2	essai 3	moyenne	SD
1	ICPMS	3	12.1	12.5	12.6	12.4	0.3
7	ICPAES	3	14.0	16.0	12.0	14.0	2.0

moyenne 13.2
écart type 1.1

9. ANNEXE IV

Les tableaux 9.1 à 9.7 (RE.CO.R.D.-1) et 9.8 à 9.13 (RE.CO.R.D.-2) de l'annexe IV rapportent tous les résultats d'analyses obtenus par les différents laboratoires.

Tableau 9.1 résultats d'analyses du laboratoire 1 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids					
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	9.62	9.65	9.82	9.70	0.11	1.11
Al	3.07	3.16	3.20	3.15	0.06	2.01
Fe	2.35	2.54	2.58	2.49	0.12	4.94
Mn	0.10	0.11	0.11	0.11	0.00	4.22
Mg	1.00	1.17	1.08	1.08	0.08	7.80
Ca	5.55	5.70	5.68	5.65	0.08	1.44
Na	18.13	18.23	18.35	18.24	0.11	0.59
K	0.74	0.81	0.77	0.77	0.03	4.30
Ti	1.79	1.86	1.83	1.83	0.04	1.97
P	0.42	0.42	0.43	0.42	0.004	1.03
C total						
C org						
S total						
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As	19	20	20	19.45	0.458	2.36
As						
Ba	5995	5948	5931	5958	33	0.56
Ba						
Be	< L.D.	< L.D.	< L.D.			
Bi	55.06	53.87	54.72	54.6	0.6	1.12
Cd	5.6	5.9	5.4	5.62	0.290	5.16
Ce	64.6	63.8	64.8	64.4	0.5	0.80
Co	77.1	77.8	78.0	77.6	0.5	0.59
Co						
Cr	1529	1547	1544	1540	10	0.63
Cs	2.26	2.30	2.26	2.27	0.021	0.93
Cu	940	929	951	940	11	1.19
Dy	0.97	0.95	0.96	0.96	0.009	0.95
Er	1.80	1.85	2.05	1.90	0.131	6.88
Eu	0.33	0.35	0.38	0.35	0.028	7.97
Ga	6.05	5.94	6.25	6.08	0.161	2.65
Gd	2.12	1.98	2.11	2.07	0.081	3.93
Ge	0.69	0.88	0.65	0.74	0.122	16.53
Hf	3.01	2.93	3.07	3.00	0.071	2.36
Hg						
Hg ppb						
Ho	0.37	0.37	0.46	0.40	0.052	12.93
In	0.69	0.81	0.82	0.77	0.071	9.21
La	11.75	11.30	11.58	11.54	0.227	1.97
Lu	0.08	0.07	0.07	0.07	0.001	1.55
Mo	138.2	135.6	135.2	136.3	1.6	1.19
Mo						
Nb	8.83	8.80	8.83	8.82	0.018	0.21
Nd	6.344	6.085	6.153	6.19	0.134	2.17
Ni	1498	1424	1478	1467	38	2.61
Ni						
Pb	1405	1375	1387	1389	15	1.08
Pr	1.71	1.67	1.70	1.69	0.018	1.08
Rb	22.46	22.54	22.79	22.6	0.2	0.76
Sb	96.07	92.14	92.16	93.5	2.3	2.42
Sb						
Se						
Se						
Sm	1.271	1.231	1.241	1.25	0.021	1.67
Sn	373.3	364.1	365.6	367.7	4.9	1.34
Sr	226.3	226.9	223.6	225.6	1.8	0.78
Ta	1.3	1.3	1.3	1.28	0.045	3.49
Tb	0.17	0.16	0.16	0.17	0.002	1.40
Te						
Th	2.09	2.03	2.07	2.06	0.029	1.39
Tl						
Tm	0.08	0.08	0.08	0.08	0.002	2.00
U	1.121	1.108	1.15	1.13	0.022	1.91
V	85.5	87.0	92.1	88.17	3.460	3.92
W						
W	280	277	279	279	2	0.60
Y	6.8	6.8	6.9	6.80	0.053	0.78
Yb	0.50	0.51	0.50	0.50	0.007	1.36
Zn	6047	6000	6036	6028	25	0.41
Zn						
Zr	132.3	136	136.2	135	2	1.63

Tableau 9.2 résultats d'analyses du laboratoire 2 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+	0.42	0.43	0.42	0.42	0.01	1.36
H2O-	5.03	4.99	4.87	4.96	0.08	1.68
Si	9.83	9.90	9.85	9.86	0.04	0.36
Al	2.98	3.00	3.00	2.99	0.01	0.41
Fe	2.83	2.80	2.80	2.81	0.02	0.57
Mn	0.12	0.12	0.11	0.12	0.01	6.67
Mg	0.87	0.88	0.86	0.87	0.01	1.06
Ca	5.59	5.60	5.55	5.58	0.03	0.46
Na	17.78	17.43	17.55	17.59	0.18	1.01
K	0.71	0.71	0.71	0.71	0.005	0.68
Ti	1.88	1.89	1.88	1.88	0.003	0.18
P	0.46	0.47	0.47	0.47	0.003	0.54
C total	4.51	4.54	4.48	4.51	0.030	0.67
C org	1.78	1.82	1.79	1.80	0.021	1.16
S total	1.79	1.77	1.74	1.77	0.025	1.42
Cl	7.33	7.41	7.28	7.34	0.066	0.89
F	0.13	0.13	0.13	0.13		
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As						
As						
Ba	6020	6060	6260	6113	129	2.10
Ba						
Be						
Bi						
Cd						
Ce						
Co						
Co						
Cr	1420	1450	1450	1440	17	1.20
Cs						
Cu	1075	1040	1020	1045	28	2.66
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb	7.2	7.0	7.1	7.1	0.1	1.41
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo						
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1570	1570	1530	1556.7	23.1	1.48
Ni						
Pb	1565	1600	1620	1595.0	27.8	1.75
Pr						
Rb						
Sb						
Sb						
Se	1.11	1.10	1.08	1.10	0.015	1.39
Se						
Sm						
Sn						
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V						
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	6475	6340	6420	6412	68	1.06
Zn						
Zr						

Tableau 9.3 résultats d'analyses du laboratoire 3 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1 % poids	2 % poids	3 % poids	moyenne % poids	SD % poids	RSD%
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-	4.78	5.09	5.03	4.97	0.164	3.31
Si	10.05	10.03	10.06	10.05	0.012	0.12
Al	3.09	3.07	3.06	3.07	0.016	0.53
Fe	2.71	2.70	2.70	2.70	0.008	0.30
Mn	0.09	0.08	0.08	0.08	0.004	5.59
Mg	0.89	0.90	0.90	0.90	0.003	0.39
Ca	5.59	5.58	5.59	5.59	0.004	0.07
Na	18.84	18.72	18.73	18.76	0.062	0.33
K	0.82	0.81	0.81	0.82	0.005	0.59
Ti	1.89	1.89	1.89	1.89	0.000	0.00
P	0.51	0.51	0.50	0.50	0.003	0.50
C total						
C org						
S total	1.91	1.86	1.84	1.87	0.04	1.99
Cl						
F						
Br						
I						
As						
As						
Ba	6830	6844	6740	6805	56	0.83
Ba						
Be						
Bi						
Cd						
Ce						
Co						
Co						
Cr	1490	1452	1314	1419	93	6.53
Cs						
Cu	972	979	952	968	14	1.45
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo						
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1325	1316	1285	1309	21	1.60
Ni						
Pb						
Pr						
Rb						
Sb						
Sb						
Se						
Se						
Sm						
Sn						
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V						
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	6240	6248	6304	6264	35	0.56
Zn						
Zr						

Tableau 9.4 résultats d'analyses du laboratoire 4 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	10.08	10.09	10.11	10.09	0.02	0.15
Al	3.18	3.14	3.12	3.15	0.03	0.97
Fe	2.94	2.90	2.93	2.92	0.02	0.71
Mn	0.11	0.10	0.10	0.10	0.01	5.59
Mg	0.89	0.89	0.91	0.90	0.01	1.29
Ca	6.09	6.06	5.93	6.03	0.09	1.41
Na	19.37	19.30	19.29	19.32	0.04	0.23
K	0.84	0.82	0.82	0.83	0.01	1.40
Ti	1.90	1.90	1.90	1.90	0.000	0.00
P	0.48	0.48	0.47	0.47	0.002	0.32
C total						
C org						
S total	1.95	1.96	1.97	1.96	0.010	0.51
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As						
As						
Ba						
Ba						
Be						
Bi						
Cd	<10	<10	<10			
Ce						
Co	85.0	83.0	85.0	84.3	1.2	1.37
Co						
Cr	1300	1280	1280	1287	12	0.90
Cs						
Cu	980	980	1000	987	12	1.17
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	163	161	163	162	1	0.71
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1610	1510	1610	1577	58	3.66
Ni						
Pb	1640	1580	1580	1600	35	2.17
Pr						
Rb						
Sb						
Sb						
Se						
Se						
Sm						
Sn						
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V						
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	6600	6600	6600	6600		
Zn						
Zr						

Tableau 9.5 résultats d'analyses du laboratoire 5 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids					
Pf 1000°	16.3	15.8	14.7	15.60	0.82	5.25
Pf 110°						
H2O+						
H2O-		5.56	5.34	5.45	0.16	2.85
Si	8.53	8.56	8.52	8.54	0.02	0.25
Al	3.30	3.33	3.30	3.31	0.02	0.46
Fe	3.30	3.32	3.27	3.30	0.02	0.65
Mn	0.13	0.13	0.13	0.13		
Mg	0.98	0.99	0.98	0.98	0.00	0.35
Ca	6.69	6.77	6.65	6.70	0.06	0.92
Na	16.72	16.67	17.23	16.87	0.31	1.82
K	0.54	0.52	0.58	0.55	0.03	5.46
Ti	2.14	2.18	2.13	2.15	0.03	1.21
P	0.53	0.53	0.53	0.53	0.00	0.48
C total	4.79	4.76	4.70	4.75	0.05	0.96
C org	1.78	1.8	1.74	1.77	0.03	1.72
S total	1.43	1.44	1.48	1.45	0.03	1.82
Cl	>5000	>5000	>5000			
F	0.162	0.161	0.162	0.16	0.001	0.36
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br	1550	1530	1550	1543	12	0.75
I						
As	<30	<30	<30			
As						
Ba	6410	6290	6140	6280	135	2.15
Ba						
Be						
Bi						
Cd	5.9	5.4	5.6	5.6	0.3	4.47
Ce						
Co	90.9	90.4	87.4	89.6	1.9	2.11
Co						
Cr	1368	1367	1368	1368	1	0.04
Cs						
Cu	983	966	970	973	9	0.91
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb	6.62	5.40		6.01	0.86	14.35
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	150	148	145	148	3	1.70
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1660	1630	1630	1640	17	1.06
Ni						
Pb	1520	1490	1450	1487	35	2.36
Pr						
Rb						
Sb	90	87.8	89.9	89	1	1.39
Sb						
Se						
Se						
Sm						
Sn	383	379	367	376	8	2.21
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl	0.5	0.5	0.5	0.5		
Tm						
U						
V	105	106	99	103	4	3.66
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	6540	6410	6230	6393	156	2.43
Zn						
Zr						

Tableau 9.6 résultats d'analyses du laboratoire 6 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si						
Al	2.55	2.54	2.56	2.55	0.01	0.39
Fe	2.4	2.4	2.4	2.40	0.00	0.00
Mn	0.093	0.093	0.093	0.093	0.00	0.00
Mg	0.81	0.84	0.76	0.80	0.04	5.03
Ca	4.9	4.9	5.1	4.97	0.12	2.32
Na	15.3	15.5	15.8	15.53	0.25	1.62
K	0.67	0.70	0.64	0.67	0.03	4.48
Ti	1.55	1.53	1.56	1.55	0.02	0.99
P						
C total						
C org						
S total						
Cl	6.3	6.4	6.3	6.33	0.06	0.91
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br	1696	1714	1715	1708	11	0.62
I	684	683	688	685	3	0.37
As	18.0	17.9	18.3	18.1	0.2	1.21
As						
Ba	5854	5921	5878	5884	34	0.58
Ba						
Be						
Bi						
Cd	<10	<10	<10			
Ce						
Co	73.0	73.8	74.8	73.9	0.9	1.22
Co						
Cr						
Cs						
Cu	773	797	788	786	12	1.54
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb	5.80	5.80	6.00	5.87	0.12	1.97
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	124	124	123	124	0	0.36
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1508	1530	1546	1528	19	1.25
Ni						
Pb						
Pr						
Rb						
Sb	86	87	87	86	1	0.90
Sb						
Se	<1	<1	<1			
Se						
Sm						
Sn	264.0	356.0	424.0	348	80	23.07
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V	84	84	78	82	3	3.90
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	5672	5723	5822	5739	76	1.33
Zn						
Zr						

Tableau 9.7 résultats d'analyses du laboratoire 7 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 1

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°	35.91	35.85	35.25	35.67	0.36	1.02
Pf 110°						
H2O+	0.67	0.67	0.51	0.62	0.09	14.98
H2O-	6.53	6.52	6.58	6.54	0.03	0.49
Si	9.30	9.19	9.32	9.27	0.07	0.78
Al	2.86	2.87	2.85	2.86	0.01	0.47
Fe	2.60	2.59	2.60	2.60	0.01	0.31
Mn	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	0.00
Mg	0.83	0.83	0.86	0.84	0.02	2.49
Ca	5.49	5.50	5.52	5.50	0.01	0.26
Na	15.82	15.85	16.01	15.89	0.10	0.65
K	0.65	0.67	0.71	0.68	0.03	4.95
Ti	1.81	1.82	1.82	1.82	0.00	0.20
P	0.53	0.55	0.58	0.55	0.03	4.76
C total	4.90	4.95	4.95	4.93	0.03	0.59
C org	1.82	1.83	1.84	1.83	0.01	0.55
S total	1.33	1.26	1.34	1.31	0.04	3.33
Cl	12.24	12.66	12.80	12.57	0.29	2.32
F	0.15	0.14	0.15	0.15	0.01	3.94
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br	1740	1790	1780	1770.0	26.5	1.49
I	860	916	847	874.3	36.7	4.19
As	10.9	9.7	6.5	9.0	2.3	25.17
As	1.2	1.1	1.0	1.1	0.1	9.09
Ba	5594	5612	5726	5644	72	1.27
Ba	5000	5000	5050	5017	29	0.58
Be	1	1	<ld			
Bi						
Cd	7.3	7.3	6.3	7.0	0.6	8.46
Ce						
Co	88.7	89.8	79.5	86.0	5.7	6.58
Co	85.0	80.0	82.0	82.3	2.5	3.06
Cr						
Cs						
Cu	1060	1040	924	1008	73	7.26
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb	4.29	4.20	4.12	4.20	0.09	2.02
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	123	127	104	118	13	10.65
Mo	100	110	102	104	5	5.09
Nb						
Nd						
Ni	1720	1800	1540	1687	133	7.90
Ni	1820	1700	1790	1770	62	3.53
Pb	1510	1520	1340	1457	101	6.94
Pr						
Rb						
Sb	38.7	49.2	39.5	42.5	5.9	13.81
Sb	70.9	73.6	68.4	71.0	2.6	3.66
Se	1.9	1.9	1.5	1.8	0.2	11.40
Se	<LD	<LD	<LD			
Sm						
Sn	391	387	399	392	6	1.56
Sr	236	237	237	237	1	0.24
Ta						
Tb						
Te	0.11	0.13	0.16	0.13	0.03	20.57
Th						
Tl	0.66	0.67	0.59	0.64	0.04	6.94
Tm						
U						
V	87	87	82	85	3	3.38
W	69	67	55	64	8	11.97
W	177	179	170	175	5	2.70
Y	8	7	7	7	1	7.87
Yb						
Zn	5430	5280	4660	5123	408	7.97
Zn	5830	5710	5710	5750	69	1.20
Zr		122.00	122	122		

Tableau 9.8 résultats d'analyses du laboratoire 1 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids					
Pf 1000°	-7.42	-7.45	-7.47	-7.45	0.03	-0.34
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	0.83	0.81	0.81	0.82	0.01	1.19
Al	1.42	1.31	1.40	1.38	0.06	4.50
Fe	70.75	70.79	70.57	70.70	0.12	0.17
Mn	0.64	0.62	0.63	0.63	0.01	1.23
Mg	0.31	0.45	0.31	0.36	0.08	21.41
Ca	0.24	< L.D.	0.11	0.18	0.09	49.06
Na	0.18	0.04	0.09	0.10	0.07	65.47
K	0.07	0.06	0.04	0.06	0.01	22.91
Ti	0.04	< L.D.	< L.D.			
P	< L.D.	< L.D.	< L.D.			
C total						
C org						
S total						
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As	68	68	70	68.59	0.83	1.20
As						
Ba	50.04	47.99	53.49	50.51	2.78	5.50
Ba						
Be	< L.D.	< L.D.	< L.D.			
Bi	0.11	0.11	0.10	0.11	0.01	4.81
Cd	0.91	0.80	0.66	0.79	0.13	16.33
Ce	2.96	3.14	3.01	3.04	0.10	3.15
Co	64	63	65	63.80	0.94	1.48
Co						
Cr	8485	8434	8504	8474.33	36.20	0.43
Cs	0.21	< L.D.	0.21	0.21	0.00	1.70
Cu	1106	1084	1098	1096.00	11.14	1.02
Dy	0.16	0.17	0.18	0.17	0.01	7.37
Er	0.10	0.10	0.10	0.10	0.00	1.19
Eu	0.05	0.05	0.06	0.05	0.00	4.99
Ga	8.85	8.68	8.47	8.67	0.19	2.16
Gd	0.21	0.19	0.22	0.21	0.01	6.38
Ge	3.97	3.74	3.75	3.82	0.13	3.43
Hf	0.32	0.37	0.34	0.34	0.02	7.20
Hg ppb						
Ho	0.04	0.04	0.03	0.04	0.00	6.93
In	0.20	0.22	0.28	0.23	0.04	18.82
La	2.06	1.96	1.93	1.98	0.07	3.41
Lu	0.02	0.01	0.02	0.02	0.00	9.96
Mo	547	531.1	533.9	537.3	8.4	1.58
Mo						
Nb	1.49	1.54	1.52	1.52	0.02	1.52
Nd	1.16	1.29	1.24	1.23	0.07	5.38
Ni	1696	1655	1718	1689	31	1.89
Ni						
Pb	10.16	10.42	10.26	10.28	0.13	1.25
Pr	0.33	0.36	0.36	0.35	0.01	4.05
Rb	2.24	2.09	2.33	2.22	0.12	5.42
Sb	10.50	10.10	9.89	10.16	0.31	3.04
Sb						
Se						
Se						
Sm	0.24	0.23	0.22	0.23	0.01	4.56
Sn	54.21	52.47	53.33	53.34	0.87	1.63
Sr	12.14	12.51	12.62	12.42	0.25	2.02
Ta	0.10	0.11	0.11	0.11	0.00	2.38
Tb	0.03	0.03	0.03	0.03	0.00	1.95
Te						
Th	0.44	0.44	0.43	0.44	0.01	1.38
Tl						
Tm	0.01	0.02	0.02	0.01	0.00	3.94
U	0.21	0.20	0.24	0.22	0.02	9.08
V	143.10	146.00	147.00	145.37	2.03	1.39
W	9.33	9.06	9.13	9.17	0.14	1.52
W						
Y	1.45	1.47	1.48	1.47	0.01	0.82
Yb	0.09	0.10	0.09	0.09	0.01	5.62
Zn	42.60	44.48	51.76	46.28	4.84	10.45
Zn						
Zr	13.46	16.53	13.61	14.53	1.73	11.91

Tableau 9.9 résultats d'analyses du laboratoire 2 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	0.79	0.79	0.79	0.79	0.005	0.59
Al	1.19	1.19	1.20	1.19	0.003	0.26
Fe	69.61	69.79	69.95	69.78	0.171	0.25
Mn	0.62	0.60	0.62	0.61	0.009	1.46
Mg	0.08	0.08	0.08	0.08		
Ca	0.13	0.13	0.12	0.13	0.004	3.27
Na	0.11	0.11	0.11	0.11	0.000	0.00
K	0.05	0.05	0.05	0.05		
Ti	0.03	0.04	0.03	0.03	0.003	10.83
P	0.01	0.01	0.01	0.01		
C total						
C org						
S total	0.167	0.17	0.17	0.17	0.00	0.60
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As						
As						
Ba						
Ba						
Be						
Bi						
Cd						
Ce						
Co						
Co						
Cr	8550	8460	8440	8483	59	0.7
Cs						
Cu	1175	1200	1180	1185	13	1.1
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo						
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1670	1680	1690	1680	10	0.6
Ni						
Pb						
Pr						
Rb						
Sb						
Sb						
Se	1.09	0.94	0.99	1.01	0.08	7.59
Se						
Sm						
Sn						
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V						
W						
W						
Y						
Yb						
Zn						
Zn						
Zr						

Tableau 9.10 résultats d'analyses du laboratoire 4 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	0.81	0.80	0.80	0.80	0.006	0.72
Al	1.14	1.08	1.10	1.11	0.031	2.76
Fe	68.99	68.77	68.99	68.92	0.127	0.18
Mn	0.59	0.59	0.59	0.59		
Mg	0.08	0.08	0.08	0.08	0.001	0.77
Ca	0.11	0.09	0.12	0.11	0.015	14.32
Na	0.16	0.15	0.14	0.15	0.012	7.90
K	0.05	0.05	0.05	0.05	0.001	2.17
Ti	0.02	0.02	0.02	0.02	0.001	3.09
P	0.06	0.06	0.07	0.06	0.005	7.67
C total						
C org						
S total	0.03	0.03	0.04	0.03	0.006	17.32
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As						
As						
Ba						
Ba						
Be						
Bi						
Cd	< 10	< 10	< 10			
Ce						
Co	58	59	57	58.0	1.0	1.7
Co						
Cr	8700	8700	8400	8600	173	2
Cs						
Cu	1060	1060	1070	1063	6	1
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	482.00	456.00	485.00	474	16	3
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1370	1480	1360	1403	67	5
Ni						
Pb						
Pr						
Rb						
Sb						
Sb						
Se						
Se						
Sm						
Sn						
Sr						
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V						
W						
W						
Y						
Yb						
Zn						
Zn						
Zr						

Tableau 9.11 résultats d'analyses du laboratoire 5 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	0.91	0.92	0.80	0.88	0.065	7.39
Al	1.42	1.43	1.29	1.38	0.077	5.55
Fe	70.08	69.94	70.15	70.06	0.107	0.15
Mn	0.57	0.57	0.56	0.57	0.008	1.37
Mg	0.10	0.10	0.10	0.10		
Ca	0.16	0.19	0.15	0.17	0.022	12.91
Na	0.13	0.20	0.07	0.13	0.063	47.47
K	0.08	0.08	0.07	0.08	0.005	5.97
Ti	0.03	0.04	0.04	0.04	0.006	16.67
P	0.03	0.03	0.03	0.03	0.003	9.12
C total						
C org						
S total	0.02	0.02	0.02	0.02		
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As	62	56	59	59.00	3.000	5.08
As						
Ba	44.5	45.7	43.6	44.60	1.054	2.36
Ba						
Be						
Bi						
Cd	0.7	0.9	0.9	0.83	0.115	13.86
Ce						
Co	56	54	56	55.23	1.501	2.72
Co						
Cr	6842	6774	7184	6933	220	3
Cs						
Cu	916	910	917	914	4	0.4
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	479	476	459	471	11	2.29
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1610	1600	1640	1617	21	1.29
Ni						
Pb	9	11	10	10.0	1.0	10.0
Pr						
Rb						
Sb	9.9	9.8	9.2	9.6	0.4	3.9
Sb						
Se	1.3	1.2	1.3	1.3	0.1	4.6
Se						
Sm						
Sn	52	50	49	50	2	3.03
Sr						
Ta						
Tb						
Te	<0.5	0.9	<0.5			
Th						
Tl	<0.5	<0.5	<0.5			
Tm						
U						
V	126	123	124	124	2	1.23
W						
W						
Y						
Yb						
Zn	<5	<5	<5			
Zn						
Zr						

Tableau 9.12 résultats d'analyses du laboratoire 6 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°						
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si						
Al	1.13	1.15	1.14	1.14	0.010	0.88
Fe	64.50	63.20	63.80	63.83	0.651	1.02
Mn	0.56	0.56	0.560	0.56	0.000	0.00
Mg	<0.3	<0.3	<0.3			
Ca	0.13	0.11	0.14	0.13	0.015	12.06
Na	0.098	0.096	0.097	0.097	0.001	1.03
K	0.047	0.042	0.043	0.044	0.003	6.01
Ti	<0.08	<0.08	<0.08			
P						
C total						
C org						
S total						
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As	64	68	68	66.9	2.2	3.24
As						
Ba	51	42	45	45.6	4.7	10.38
Ba						
Be						
Bi						
Cd	<2	<2	<2			
Ce						
Co	60	59	60	59.83	0.473	0.79
Co						
Cr	8100	7800	8000	7967	153	1.92
Cs						
Cu	1223	1214	1260	1232	24	1.98
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	475	526	526	509	29	5.78
Mo						
Nb						
Nd						
Ni	1536	1634	1611	1594	51	3.22
Ni						
Pb						
Pr						
Rb						
Sb	9.3	9.7	9.9	9.6	0.3	3.17
Sb						
Se	<1	<1	<1			
Se						
Sm						
Sn	<300	<300	<300			
Sr	<50	<50	<50			
Ta						
Tb						
Te						
Th						
Tl						
Tm						
U						
V	136	138	141	138.3	2.5	1.82
W	8.5	9.0	9.0	8.8	0.3	3.27
W						
Y						
Yb						
Zn						
Zn						
Zr						

Tableau 9.13 résultats d'analyses du laboratoire 7 pour l'échantillon RE.CO.R.D. - 2

essai	1	2	3	moyenne	SD	RSD%
	% poids	% poids				
Pf 1000°	-7.59	-7.52	-7.57	-7.56	0.032	-0.42
Pf 110°						
H2O+						
H2O-						
Si	0.84	0.96	0.87	0.89	0.064	7.14
Al	1.25	1.34	1.22	1.27	0.065	5.14
Fe	70.45	70.89	70.36	70.57	0.284	0.40
Mn	0.59	0.60	0.57	0.58	0.016	2.65
Mg	0.07	0.10	0.08	0.084	0.012	14.29
Ca	0.16	0.19	0.17	0.17	0.014	8.33
Na	0.14	0.12	0.28	0.18	0.089	49.03
K	0.03	0.12		0.07	0.059	78.57
Ti	0.03	0.02	0.01	0.02	0.006	28.23
P	0.11	0.04	0.16	0.10	0.060	58.33
C total						
C org						
S total	0.06	0.05	0.06	0.06	0.006	10.19
Cl						
F						
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	
Br						
I						
As	65.7	64.7	58.0	62.8	4.2	6.64
As	68.8	68.4	68.2	68.5	0.3	0.45
Ba	65	64	60	63	2.6	4.20
Ba	130	120	110	120	10	8.33
Be	<LD	<LD	<LD			
Bi						
Cd	<LD	<LD	<LD			
Ce						
Co	65.7	66.4	64.2	65.43	1.161	1.77
Co	62	67	65	64.67	2.517	3.89
Cr						
Cs						
Cu	1230	1210	1200	1213	15	1.26
Dy						
Er						
Eu						
Ga						
Gd						
Ge						
Hf						
Hg ppb						
Ho						
In						
La						
Lu						
Mo	596	595	567	586	16	2.79
Mo	460	460	480	467	12	2.47
Nb						
Nd						
Ni	1780	1790	1750	1773	21	1.17
Ni	1770	1830	1850	1817	42	2.29
Pb	11.1	10.6	10.4	10.69	0.411	3.84
Pr						
Rb						
Sb	13.2	13.4	13.0	13.2	0.2	1.53
Sb	10.6	10.6	11.0	10.7	0.2	2.15
Se	1.2	1.1	1.3	1.20	0.092	7.69
Se	<ld	<ld	<ld			
Sm						
Sn						
Sr	14	16	12	14.0	2.0	14.29
Ta						
Tb						
Te	1.48	1.25	1.14	1.3	0.2	13.53
Th						
Tl	<ld	<ld	<ld			
Tm						
U						
V	142	138	134	138	3.6	2.64
W						
W	9	8	9	8.7	0.6	6.66
Y	2	<ld	<ld			
Yb						
Zn	43.6	40.3	39.8	41.2	2.0	4.94
Zn	<ld	<ld	50.0			
Zr	25	40	20	28.3	10.4	36.74