



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

# Certificat d'analyse

Première édition : mai 2011

Version : mai 2011

## CCU-1d

Matériau de référence certifié : concentré de cuivre

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CCU-1d

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	120,7	2,2	3,8	1,3
Al no AD2 <sup>a</sup>	%	0,191	0,007	0,023	0,012
Au	µg/g	14,01	0,34	0,34	0,18
Ca no AD2 <sup>a</sup>	%	0,195	0,008	0,021	0,010
Cd	µg/g	245,9	4,8	17,3	6,3
Co	µg/g	330	8	28	12
Cu classique <sup>b</sup>	%	23,985	0,039	0,098	0,039
Cu instrum <sup>c</sup>	%	23,93	0,29	0,60	0,28
Fe tout <sup>d</sup>	%	29,26	0,42	1,21	0,41
Mg no AD2 <sup>a</sup>	%	0,508	0,009	0,025	0,011
Mn no AD2 <sup>a</sup>	µg/g	99,4	2,7	7,9	4,4
Pb	%	0,262	0,008	0,015	0,005
S tout <sup>e</sup>	%	32,76	0,34	0,63	0,25
Sb	µg/g	61,9	3,9	9,7	6,2
SiO <sub>2</sub>	%	3,036	0,076	0,098	0,054
Zn	%	2,63	0,05	0,12	0,04

**a** Les ensembles obtenus par digestion avec deux acides, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques

**b** Les ensembles obtenus par le dosage par iodométrie, ISO 10258:1994, le titrage, électrogravimétrie, ISO 10469:2006 et électrolyse sont inclus uniquement

*suite*

- c Les ensembles obtenus par les méthodes instrumentales telles que la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, la fluorescence de Rayons - x, et l'analyse instrumentale par activation neutronique sont inclus uniquement
- d Les ensembles par les méthodes classiques et instrumentales sont inclus. Les tableaux 2 et 3 contiennent les moyennes par diverses méthodes
- e Les ensembles par les méthodes gravimétriques et instrumentales sont inclus. Le tableau 2 contient les moyennes pour chaque méthodes

**Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le CCU-1d**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
As	%	0.0545	0.0011	0.0048	0.0019
Ba <sup>a</sup>	µg/g	12.41	0.82	0.82	0.72
C	%	0.088	0.008	0.024	0.018
Fe FAA <sup>a, b</sup>	%	29.95	0.51	0.51	0.49
Fe ICPE <sup>c</sup>	%	28.1	0.5	2.1	1.2
Fe TITR <sup>d</sup>	%	29.54	0.10	0.43	0.32
Hg <sup>e</sup>	µg/g	7.0	0.7	1.5	0.9
K no AD2 <sup>f</sup>	%	0.0316	0.0016	0.0050	0.0042
Perte au feu <sup>g</sup>	%	19.51	0.11	0.85	0.74
Mo no AD2 <sup>f</sup>	µg/g	18.1	0.7	3.0	1.8
Humidité <sup>h</sup>	%	2.03	0.07	0.14	0.12
Ni <sup>i</sup>	µg/g	7.6	0.9	1.6	0.9
S GRV <sup>a, j</sup>	%	32.88	0.07	0.23	0.22
S instrum <sup>k</sup>	%	32.73	0.41	0.75	0.38
Se	µg/g	244	7	37	19
Sr	µg/g	4.9	0.3	1.0	0.8
Te <sup>i</sup>	µg/g	36.7	2.3	7.4	4.3
Ti no AD2 <sup>f</sup>	µg/g	66.0	2.3	7.5	5.8
Tl <sup>a</sup>	µg/g	2.63	0.09	0.22	0.23

- a L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ou 7 ensembles de données
- b Les ensembles obtenus par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques
- c Les ensembles obtenus par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques. Les données répondent aux conditions nécessaires à la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire pour éviter l'impression que la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence est plus précise et exacte que le titrage
- d Les ensembles obtenus par le titrage sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques
- e Les données répondent aux conditions nécessaires à la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque beaucoup d'ensembles contiennent seulement un chiffre significatif
- suite

- f Les ensembles obtenus par la digestion avec l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques*
- g Les échantillons de 1 à 10 g a été brûlé entre 400 à 1050°C pour une période de 1 à 30 heures*
- h Les échantillons de 1 à 10 g a été séché entre 105 à 110°C pour une période de 0.1 à 60 heures*
- i Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque l'écart type inter-laboratoires obtenu est de 20% par rapport à la moyenne*
- j Les ensembles obtenus par l'analyse gravimétrique sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques*
- k Les ensembles obtenus par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, la technique de combustion couplée à la détection par le titrage automatique, et les perles de fusion avec la fluorescence de Rayons x sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques. Les données répondent aux conditions nécessaires à la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire pour éviter l'impression que les méthodes de l'analyse instrumentale sont plus précises et exactes que le titrage*

**Tableau 3 – Valeurs informatives pour le CCU-1d (semi-quantitatif seulement)**

Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Al AD2 <sup>a</sup>	%	0.09	5 / 25	Mg AD2 <sup>a</sup>	%	0.11	5 / 25
Bi <sup>b</sup>	µg/g	3	8 / 40	Mn AD2 <sup>a</sup>	%	0.008	5 / 25
Ca AD2 <sup>a</sup>	%	0.17	5 / 25	Na	%	0.02	11 / 55
Ce AD2 <sup>a, c</sup>	µg/g	2	3 / 15	P	µg/g	30	4 / 18
Cl	µg/g	60	3 / 15	Re	µg/g	0.006	3 / 15
Cr	µg/g	6	7 / 35	Sm	µg/g	0.6	3 / 15
Cs AD <sup>d</sup>	µg/g	0.08	3 / 15	Sn	µg/g	12	6 / 30
F	µg/g	200	8 / 39	U	µg/g	0.7	5 / 25
Fe XRF <sup>e</sup>	%	30.	4 / 16	W	µg/g	0.4	3 / 15
In	µg/g	7	4 / 20	Zr no AD2 <sup>f</sup>	µg/g	14	5 / 25
La no AD2 <sup>c, f</sup>	µg/g	3	3 / 15				

- a Les ensembles obtenus par digestion avec l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique sont inclus uniquement*
- b Les ensembles obtenus par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence sont inclus uniquement*
- c Les données suggèrent que les digestions avec deux acides peuvent avoir une récupération moindre que celle obtenue par les autres méthodes*
- d Les ensembles obtenus par digestion avec des acides sont inclus uniquement*
- e Les ensembles obtenus par la fluorescence de Rayons x sont inclus uniquement; la moyenne est 30 ± 1*
- f Les ensembles obtenus par digestion avec deux acides, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclus*

## **SOURCE**

Le CCU-1d est un concentré de cuivre qui provient de Flin Flon mill, Manitoba et qui a été fournie par Hudson Bay Mining and Smelting Company Limited, Manitoba, Canada. Le produit provient de la même source que le matériau précédent, CCU-1c.

## **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont l'albite (0,1%), l'anorthite (0,01%), la bornite (0,1%), la chalcopryrite (66,8%), la chalcocite (0,1%), le chlorite (0,3%), la covellite (0,1%), la digenite (0,1%), le diopside (0,1%), le gypse (0,3%), la magnetite (0,4%), la muscovite (0,1%), la nontronite (0,3%), la pyrite (20,5%), la pyrrotite (3,8%), le pyroxène (1,6%), le quartz (1,6%) and la sphalérite (3,8%).

## **UTILISATION PRÉVUE**

Le CCU-1d peut être utilisé pour déterminer les teneurs du cuivre, de l'or et des éléments majeurs, mineurs et de traces dans les concentrés de cuivre. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

## **MODE D'EMPLOI**

Le CCU-1d doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. Le contenu de la bouteille doit être exposé le moins longtemps possible à l'air. Le matériau non utilisé doit être entreposé en présence d'un gaz inerte dans un dessiccateur ou placé dans un sachet thermoscellé neuf fabriqué d'une pellicule d'aluminium et polyester laminée. Les valeurs attribuées sont valides à la date à laquelle le matériau a été produit. LMSM-CANMET n'est pas responsable des changements survenant après l'envoi du matériau.

## **MANUTENTION**

Il est recommandé de prendre les mesures de sécurité habituelles dans le cas d'un matériau composé de particules fines, notamment de porter des lunettes de sécurité, un appareil de protection des voies respiratoires, des gants et un sarrau.

## **MÉTHODE DE PRÉPARATION**

La matière brute a été séchée à 33°C, concassée, tamisée, mélangé et réparti dans des bouteilles contenant 200 g chacun. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm (200 mesh) est de soixante-sept pourcent. Chaque bouteille a été scellée en présence d'azote dans un sachet fait d'une pellicule d'aluminium et de polyester laminée, afin de prévenir l'oxydation.

## **HOMOGÉNÉITÉ**

L'homogénéité du matériau a été vérifiée en utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. La méthode « rapid » à l'iodure a été réalisée sur des échantillons de 0.5 grams. La méthode implique un titrage avec le thiosulfate de sodium, et la calcination du résidu insoluble dans les acides, suivi du dosage par la spectrométrie d'absorption atomique. Une pyroanalyse avec récupération au plomb a été réalisée sur des échantillons de 5 g, suivie du dosage de l'or par l'analyse gravimétrique.

Un deuxième groupe de 15 bouteilles a été choisi selon la méthode d'échantillonnage aléatoire. Par la suite, chacune des bouteilles de ce groupe a été divisée en huit sous-échantillons et seulement trois d'entre eux ont été utilisés pour la caractérisation chimique. Le dosage du soufre a été réalisé dans les échantillons de 0,15 g par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Une masse de 0,25 g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant quatre acides soient les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique. Le dosage du zinc a été réalisé par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. L'utilisation d'un sous-échantillon plus petit que celui spécifié pour les éléments mentionnés précédemment invalidera l'utilisation des valeurs certifiées et des paramètres associés. Les résultats indiquent que le CCU-1d est suffisamment homogène pour être utilisé comme matériau de référence certifié.

## **VALEURS CERTIFIÉES**

Quarante et un laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en utilisant des méthodes d'analyse de leur choix.

Les méthodes pour le dosage du cuivre sont la digestion par différents acides, la digestion micro-onde, l'addition du brome pour détruire les résidus organiques, et des séparations suivies par des méthodes classiques comme le dosage par iodométrie, le titrage, ISO 10258:1994, l'électrogravimétrie, électrolyse, l'analyse gravimétrique, ISO 10469:2006; et aussi les méthodes instrumentales comme que la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Les méthodes avec les perles de fusion et la fluorescence de Rayons-x sont incluses aussi.

La méthode la plus fréquente pour le dosage de l'or était la pyroanalyse avec la gravimétrie pour le dosage de l'or. Diverses méthodes pour la pyroanalyse et la digestion micro-ondes suivies par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, l'analyse gravimétrique, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été effectués.

Les méthodes utilisées pour le dosage des autres éléments sont la digestion par différents acides, la digestion micro-onde, les différents types des fusions, suivies par la détermination par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Les différentes fusions et les perles ont suivies d'une analyse par la fluorescence de Rayons-x. Une analyse instrumentale par activation neutronique a été effectuée aussi. Le dosage des autres éléments a été réalisé par des autres méthodes par quelques laboratoires. Le dosage du carbone et du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, la technique de combustion couplée à la détection par le titrage automatique. Le dosage du mercure a été réalisé par la spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures et la spectrométrie de fluorescence de vapeur froide. Le dosage du fluorure et du chlorure a été réalisé par l'analyse turbidimétrique, la distillation, la spectrométrie visible et ultraviolet, l'électrode ionique spécifique et la chromatographie ionique.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesures interlaboratoires. Les valeurs sont réputées être certifiées si elles sont calculées à partir de 10 ensembles de données ou plus qui répondent aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats. Seize valeurs moyennes pour quatorze éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). Basée sur des tests statistiques, la valeur de plusieurs éléments certifiés n'inclue pas les digestions avec deux acides.

Une description complète des travaux, y compris les analyses statistiques, et de toutes les méthodes d'analyse, ainsi que les noms de tous les laboratoires participants, se trouvent dans le rapport de certification. Pour plus de détails sur l'utilisation de données dans l'évaluation des résultats de laboratoire, les utilisateurs sont priés de consulter le Guide ISO 33:2000, pages 14-17, et le document, « L'évaluation de la performance d'un laboratoire en matière de matériaux de référence certifiés PCMRC », à l'adresse internet suivante : [www.pcmrc.ca](http://www.pcmrc.ca).

## **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Dix-neuf valeurs provisoires (voir le tableau 2) ont été calculées à partir de 8 ou 9 séries de données qui répondent aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats, ou sinon, à partir de plus de 10 séries de données qui ne répondent pas aux critères statistiques essentiels du PCMRC, en matière de certification ou encore 6 ou 7 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce dernier groupe inclut le baryum, le fer par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, le soufre par l'analyse gravimétrique et le tellurium. Les valeurs informatives de 21 éléments figurant au tableau 3 ont été calculées à partir de la moyenne d'au moins 3 ensembles de données.

## TRAÇABILITÉ

Les valeurs indiquées dans le présent certificat sont basées à la fois sur les valeurs acceptées qui ont été obtenues par l'analyse statistiques des données provenant du programme de mesure interlaboratoire, et sur les normes utilisées par les différents laboratoires. Le rapport fournit tous les renseignements disponibles.

## HISTORIQUE DE LA CERTIFICATION

CCU-1d est un nouveau matériau.

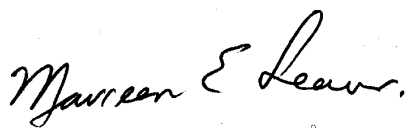
## PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 juin, 2033. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour seront publiées sur le site Web du PCMRC.

## AVIS JURIDIQUE

LMSM-CANMET a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification inter-laboratoire au meilleur de ses connaissances et dans la mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau l'acheteur décharge LMSM-CANMET contre toute responsabilité et tout coût relativement à l'utilisation de ce matériau et des renseignements fournis.

## AGENTS DE CERTIFICATION



Maureen Leaver- Coordinatrice, PCMRC



Joseph Salley, Traitement de données

## POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

**PCMRC**  
**LMSM-CANMET (RNCAN)**  
555, rue Booth, pièce 433  
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1  
Téléphone : (613) 995-4738  
Télécopieur : (613) 943-0573  
Courriel : [pcmrc@rncan.gc.ca](mailto:pcmrc@rncan.gc.ca)