



CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : juin 2016

Version : juin 2016

CCU-1e

Matériau de référence certifié : concentré de cuivre

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CCU-1e

nota: Les données proviennent principalement des méthodes de digestion utilisant divers acides et diverses techniques de digestion complète. Les notes en bas de la table indiquent des détails supplémentaires sur les méthodes analytiques utilisées pour déterminer les valeurs certifiées, provisoires et indicatives. Pour de plus amples renseignements, veuillez consulter le rapport de certification.

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	205,2	3,4	4,9	2,0
Al (non DA2) ^a	%	0,1385	0,0042	0,0074	0,0033
As	%	0,101	0,003	0,014	0,005
Au ^b	µg/g	20,27	0,52	0,52	0,21
C ^c	%	0,100	0,012	0,012	0,008
Ca	%	0,129	0,004	0,012	0,005
Cd	µg/g	74,2	1,9	6,6	2,6
Co (non DA2) ^a	µg/g	301	6	14	6
Cu classique ^d	%	23,07	0,04	0,11	0,05
Cu instrum ^e	%	22,88	0,24	0,51	0,24
Fe ^f	%	30,7	0,3	1,4	0,5
Hg	µg/g	10,4	0,5	1,6	0,8
Mg	%	0,706	0,009	0,030	0,013
Mn (non DA2) ^a	µg/g	96	4	13	7
Pb	%	0,703	0,009	0,031	0,012

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CCU-1e suite

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
S ^g	%	35,28	0,26	0,47	0,20
S COMB ^h	%	35,52	0,30	0,31	0,22
Sb	µg/g	104	3	16	7
SiO ₂ ⁱ	%	3,134	0,055	0,074	0,039
Te	µg/g	61,8	2,6	9,3	4,7
Tl	µg/g	2,69	0,09	0,16	0,12
Zn	%	3,02	0,03	0,10	0,04

- a Les données obtenues par digestion avec deux acides, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes sur la base des tests statistiques.*
- b Diverses méthodes de préconcentration avec la pyroanalyse et des échantillons de 7 à 30 grammes ont été utilisées.*
- c La technique de combustion couplée à la détection infrarouge a été principalement utilisée.*
- d Les données obtenues par le dosage par iodométrie, ISO 10258:1994, le titrage, l'électrogravimétrie, l'analyse gravimétrique sont inclus uniquement sur la base des tests statistiques.*
- e Les données obtenues par les méthodes instrumentales telles que la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la fluorescence aux rayons X sont incluses uniquement sur la base des tests statistiques.*
- f Les données obtenues par les méthodes classiques et instrumentales sont incluses; les tableaux 2 et 3 indiquent les moyennes obtenues par diverses méthodes.*
- g Les données obtenues par une variété d'étapes pour la préparation et la détermination étaient incluses.*
- h Les données obtenues par la combustion sont incluses seulement, sur la base des tests statistiques.*
- i Les méthodes par la fusion ont été principalement utilisées.*

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le CCU-1e

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
F ^a	µg/g	255	12	24	21
Fe FAA ^{b, c}	%	31,49	0,30	0,70	0,74
K	%	0,0133	0,0007	0,0024	0,0020
Perte au feu ^d	%	17,14	0,19	0,90	0,61
Mo ^{e, f}	µg/g	16,1	0,7	3,1	1,9
Humidité ^{g, f}	%	0,150	0,013	0,034	0,024
Na ^b	%	0,0147	0,0009	0,0009	0,0006
Ni	µg/g	7,27	0,43	0,81	0,64
Se	µg/g	304	8	40	18
Ti	µg/g	54,9	1,9	5,4	4,6

a Fusion suivi par l'électrode sélective ionique a été utilisée exclusivement par les laboratoires.

b L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement que 6 ensembles de données.

c Les données obtenues par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme sont uniquement incluses, sur la base des tests statistiques.

d Des échantillons de 1 à 2 g ont été brûlés pour une période de 1 à 5 heures entre 705 à 1050°C.

e Il existe des preuves que, sous certaines conditions, la digestion avec deux acides, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, soit incomplète.

f Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque l'écart type interlaboratoires obtenu est environ 20% de la moyenne.

g Des échantillons de 1 à 5 g ont été séchés pour une période de 1 à 5 heures entre 105 à 110°C.

Tableau 3 – Valeurs indicatives pour le CCU-1e (semi-quantitatif seulement)

Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Al (DA2) ^a	%	0,1	4 / 20	Nd	µg/g	1	3 / 15
Ba	µg/g	6	4 / 20	Rb	µg/g	0,5	6 / 30
Bi	µg/g	3	8 / 40	Re	µg/g	0,004	4 / 20
Ce	µg/g	2	6 / 30	Sc	µg/g	1	7 / 35
Co (DA2) ^a	µg/g	270	8 / 38	Sm	µg/g	0,3	3 / 15
Fe ICPE ^b	%	30,3	19 / 93	Sn	µg/g	15	7 / 34
Fe TITN ^c	%	31,2	6 / 30	Sr	µg/g	2	8 / 40
Ga	µg/g	3	7 / 35	Th	µg/g	0,2	3 / 15
Ge	µg/g	1	3 / 15	U	µg/g	1	6 / 30
In	µg/g	6	5 / 25	V	µg/g	4	7 / 35
La	µg/g	1	6 / 29	W	µg/g	0,4	3 / 15
Li	µg/g	0,5	4 / 20	Y	µg/g	1	6 / 30
Mn (DA2) ^a	µg/g	80	4 / 20	Zr	µg/g	5	5 / 25
Nb	µg/g	0,2	5 / 25				

a Les données obtenues par digestion avec deux acides, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont seulement incluses.

b Les données obtenues par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence sont uniquement incluses.

c Les données obtenues par la titration sont seulement incluses.

SOURCE

Le CCU-1e est un concentré de cuivre qui provient du moulin à Flin Flon, Manitoba et qui a été fourni par Hudson Bay Mining and Smelting Company Limited, Manitoba, Canada. Le matériau cru provient de la même source que le matériau précédent, CCU-1d.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont : chalcopyrite (63,2%); pyrite (21,6%); sphalerite (4,6%); mawsonite (2,8%); pyrrhotite et pyroxene (chacun à 2,7%); galène (0,6%); fergusonite (0,4%); chlorite (0,3%); arsénopyrite, magnétite et quartz (chacun à 0,2%); ankérite, calcite et hornblende (chacun à 0,1%); biotite (0,05%); plagioclase (0,04%); dolomite et riébeckite (chacun à 0,03%); albite, épidote, hématite et sidérite (chacun à 0,02%); et allanite, annite, ilménite, orthoclase et une autre espèce minérale non spécifiée (chacun à 0,01%).

UTILISATION PRÉVUE

Le CCU-1e peut être utilisé pour déterminer les teneurs du cuivre, de l'or et des autres 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-1e 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 thermo scellé neuf fabriqué d'une pellicule d'aluminium laminée. Les valeurs attribuées sont valides à la date à laquelle le matériau a été produit. CanmetMINES 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 25°C, tamisée, mélangée et répartie dans des bouteilles contenant 200 grammes chacun. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm (200 mesh) est de 90 pour cent. Chaque bouteille a été scellée en présence d'azote dans un sachet fait d'une pellicule d'aluminium et de polyéthylène laminée, afin de prévenir l'oxydation.

HOMOGENÉITÉ

L'homogénéité du matériau a été examinée en détail en utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. Le dosage du cuivre a été réalisé dans des échantillons de 1 gramme par électrogravimétrie avec une correction pour les impuretés déposées avec le cuivre et le résidu de cuivre dans la solution. L'or présent dans des échantillons de 5 grammes a été concentré par une pyroanalyse avec récupération au plomb, suivie du dosage de l'or par une analyse gravimétrique.

Le dosage a été réalisé dans trois sous-échantillons de chaque bouteille dans un deuxième groupe de 15 bouteilles choisi selon la méthode d'échantillonnage aléatoire. Une masse de 0,05 g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant les acides chlorhydrique, nitrique, fluorhydrique et borique. Le dosage de l'aluminium, du cobalt, du manganèse, du plomb et du zinc a été réalisé par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. Le dosage d'antimoine a été réalisé par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

Les résultats indiquent que le CCU-1e est suffisamment homogène pour être utilisé comme matériau de référence certifié. 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.

VALEURS CERTIFIÉES

Trente 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 ont inclus la digestion par différents acides avec une plaque chauffante ou un micro-onde, et des séparations suivies par des méthodes classiques comme le dosage par iodométrie, le titrage, ISO 10258:1994, l'électrogravimétrie, l'analyse gravimétrique, ISO 10469:2006; et aussi les méthodes instrumentales comme 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 aux rayons X sont également incluses.

La méthode la plus commune pour le dosage de l'or était la pyroanalyse avec la gravimétrie. D'autres méthodes de préconcentration par pyroanalyse suivies par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, l'analyse gravimétrique, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ont également été utilisées.

Les méthodes utilisées pour le dosage des autres éléments ont inclus la digestion par différents acides avec une plaque chauffante ou un micro-ondes, et 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. En plus de ces méthodes, 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. Les différentes fusions, les perles et la poudre compacte ont été suivies d'une analyse par la fluorescence aux rayons X. Une analyse instrumentale par activation neutronique a été aussi effectuée.

Le dosage du soufre et du silicium a été réalisé par l'analyse gravimétrique. Le dosage du carbone et du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Le dosage du fluorure a été réalisé par divers types de fusions et l'électrode ionique spécifique.

L'analyse de variance à un critère de classification (ANOVA¹) a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesure interlaboratoire. 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. Vingt-deux valeurs moyennes ont été certifiées (voir le tableau 1). Basée sur des tests statistiques, la valeur de trois éléments certifiés n'inclut 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 trouve 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 33:2015, sections 8-9, 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.

VALEURS NON CERTIFIÉES

Dix 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 fer réalisé par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme et le sodium. Les valeurs indicatives de 27 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 statistique 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-1e est un nouveau matériau.

PÉRIODE DE VALIDITÉ

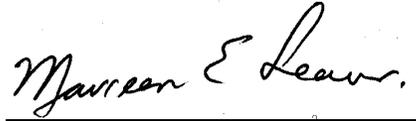
Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 juin 2033. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour seront publiées sur le site Web du PCMRC.

AVIS JURIDIQUE

CanmetMINES a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification interlaboratoire au meilleur de ses connaissances et dans la

mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau l'acheteur décharge CanmetMINES contre toute responsabilité et tout coût relativement à l'utilisation de ce matériau et des renseignements fournis.

AGENT DE CERTIFICATION



Maureen Leaver- Coordonnatrice, PCMRC

POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

PCMRC
CanmetMINES (RNCan)
555, rue Booth, pièce 433
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1
Téléphone : (613) 995-4738
Télécopieur : (613) 943-0573
Courriel : NRCan.ccrmp-pcmrc.RNCan@canada.ca

RÉFÉRENCES

1. Brownlee, K.A., Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering; John-Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.