

CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : avril 2015

Version : avril 2015

RTS-5

Matériau de référence certifié : échantillon type de résidus de minerais avec du nickel, du cuivre et de l'or

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le RTS-5

nota: Pour quelques éléments, quelques méthodes ne fournissent pas d'un recouvrement complet. Quand c'est possible, les valeurs certifiées, provisoire ou informative sont indiquées dans ce cas

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	1,50	0,07	0,10	0,04
Al (FUS) ^a	%	6,25	0,04	0,13	0,08
As	µg/g	1286	27	84	28
Au (no AD2) ^b	µg/g	0,408	0,017	0,017	0,007
Ba (AD3, AD4, FUS, PPP) ^c	µg/g	252	5	11	5
Ca (AD3, AD4, FUS) ^d	%	3,86	0,06	0,16	0,06
Co (AD2) ^e	µg/g	69,8	1,4	4,2	3,0
Co (AD3, AD4, FUS, PPP) ^c	µg/g	76,9	1,5	3,9	1,7
Cr (T) ^g	µg/g	261	8	16	11
Cu	µg/g	647	12	25	8
Fe (AD4, FUS) ^h	%	11,9	0,14	0,38	0,15
K (AD3, AD4, FUS) ^d	%	0,850	0,013	0,055	0,023
Mg (AD3, AD4) ⁱ	%	3,31	0,06	0,15	0,09
Mg (FUS) ^a	%	3,59	0,03	0,11	0,07
Mn (AD3, AD4, FUS, PPP) ^c	µg/g	1092	19	40	16

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le RTS-5 suite

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Na (AD3, AD4, FUS) ^d	%	1,285	0,023	0,064	0,031
Ni (AD2) ^e	µg/g	1023	17	46	33
Ni (T) ^f	µg/g	1104	25	59	24
P	%	0,0369	0,0012	0,0040	0,0015
Pb (AD2, AD3) ^j	µg/g	57,6	4,0	5,7	3,2
Pb (AD4, FUS, PPP) ^f	µg/g	66,3	2,4	5,9	2,7
S	%	1,924	0,031	0,067	0,023
Si ^a	%	19,20	0,21	0,51	0,25
Sr (AD3, AD4, FUS, PPP) ^c	µg/g	130,6	2,3	7,2	3,3
Ti (T) ^k	%	0,3132	0,0035	0,0059	0,0037
Zn (AD2) ^e	µg/g	76,6	1,9	6,9	5,0
Zn (AD3, AD4, FUS, PPP) ^c	µg/g	105	4	10	4

a Les données sont provenus des divers types de fusions basées sur les tests statistiques

b Les données sont provenus de la pré-concentration d'essai pyrognostique seul basées sur les tests statistiques

c Les données sont provenus des digestions avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique), quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), des divers types de fusions et d'une pastille de poudre compacte suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x basées sur les tests statistiques

d Les données sont provenus des digestions avec trois acides, quatre acides et des divers types de fusions basées sur les tests statistiques

e Les données sont provenus des digestions avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) basées sur les tests statistiques

f Les données sont provenus des digestions avec quatre acides, des divers types de fusions et des pastilles de poudre compacte suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x basées sur les tests statistiques

g Les données sont provenus des digestions avec quatre acides dans un vaisseau fermé, des divers types de fusions, d'une pastille de poudre compacte suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence et de l'analyse instrumentale par activation neutronique basées sur les tests statistiques

h Les données sont provenus des digestions avec quatre acides et des divers types de fusions basées sur les tests statistiques

i Les données sont provenus des digestions avec trois acides et quatre acides basées sur les tests statistiques

j Les données sont provenus des digestions avec deux acides et trois acides basées sur les tests statistiques

k Les données sont provenus des digestions avec quatre acides dans un vaisseau fermé et des divers types de fusions basées sur les tests statistiques

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le RTS-5

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al (AD3, AD4) ^a	%	5,66	0,10	0,44	0,26
Ba (AD2) ^{b, c}	µg/g	127,1	2,0	5,8	5,4
Bi (AD) ^d	µg/g	2,05	0,07	0,23	0,19
C ^e	%	1,617	0,013	0,035	0,030
Ca (AD2) ^b	%	2,83	0,03	0,21	0,17
Ce ^c	µg/g	17,0	1,0	1,9	1,8
Cr (AD3, AD4) ^a	µg/g	216	4	31	17
K (AD2) ^{b, c}	%	0,352	0,004	0,011	0,012
La	µg/g	9,7	0,5	1,8	1,1
Li ^{c, d}	µg/g	16,9	0,5	1,2	1,1
perte au feu ^f	%	9,90	0,13	0,82	0,55
Mo ^c	µg/g	1,338	0,055	0,086	0,083
Rb ^c	µg/g	30,5	0,8	1,8	2,0
S (SO ₄)	%	1,23	0,02	0,14	0,08
Se (AD) ^{d, g}	µg/g	8,03	0,55	0,82	0,58
Sr (AD2) ^b	µg/g	41,8	0,8	2,4	2,0
Th ^c	µg/g	2,25	0,28	0,35	0,34
Ti (AD3, AD4) ^a	%	0,245	0,005	0,034	0,018
V (AD2) ^b	µg/g	61,2	1,3	4,1	3,4
V (AD3, AD4) ^a	µg/g	136	3	20	10
V (T) ^h	µg/g	160	3	18	15
Y (AD3, AD4) ⁱ	µg/g	10,1	0,3	1,4	1,2
Y (T) ^{c, h}	µg/g	15,5	0,7	1,2	1,3

a Les données sont provenus des digestions avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) et quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) basées sur les tests statistiques

b Les données sont provenus des digestions avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) basées sur les tests statistiques

c L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ou 7 ensembles

d Les données sont provenus des digestions avec des divers mélanges d'acides

e Les données ont été obtenus par la technique de la combustion couplée à la détection infrarouge

f Les données sont provenus des échantillons de 0.2 à 25 grammes séchés pour une période de temps de 0.5 à 5 heures entre 950 à 1050°C

g Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque un montant notable de données a un chiffre significatif

h Les données sont provenus des digestions avec quatre acides, des divers types de fusions et des pastilles de poudre compacte suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x basées sur les tests statistiques

i Les données sont provenus des digestions avec trois acides et quatre acides basées sur les tests statistiques

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le RTS-5 (semi-quantitatif seulement)

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Al (AD2) ^a	%	1,6	7 / 35	S élémental	%	0,3	3 / 15
Be	µg/g	0,7	9 / 45	Sb	µg/g	1,3	5 / 25
Cr (AD2) ^a	µg/g	95	7 / 35	Sc (AD2) ^a	µg/g	9	4 / 20
Cs (AD) ^b	µg/g	1,0	5 / 25	Sc (AD3) ^f	µg/g	25	3 / 15
Dy (AD) ^b	µg/g	2	4 / 20	Sc (AD4) ^g	µg/g	30	7 / 35
Er (AD) ^b	µg/g	2	4 / 20	Sc (T) ^h	µg/g	35	6 / 30
Eu (AD) ^b	µg/g	0,6	4 / 20	Sm ^b	µg/g	2	4 / 20
Fe (AD2) ^a	%	10	7 / 35	Sn ^b	µg/g	3	6 / 30
Fe (AD3) ^c	%	11	5 / 25	Ta ^b	µg/g	0,3	4 / 20
Ga	µg/g	14	14 / 70	Tb ^b	µg/g	0,3	3 / 15
Lu	µg/g	0,3	4 / 20	Te (AD) ^{b,i}	µg/g	1,2	6 / 30
Mg (AD2) ^a	%	2,2	6 / 30	Ti (AD2) ^a	%	0,07	5 / 25
humidité ^d	%	1,4	10 / 50	Tl ^b	µg/g	0,3	5 / 25
Mn (AD2) ^a	µg/g	750	7 / 35	U ^{b,i}	µg/g	0,5	5 / 25
Na (AD2) ^a	%	0,08	5 / 25	Y (AD2) ^a	µg/g	3	4 / 20
Nb	µg/g	4	5 / 25	Yb	µg/g	2	4 / 20
Nd	µg/g	8	5 / 25	Zr (AD2) ^c	µg/g	4	5 / 25
Pd ^e	µg/g	0,14	4 / 20	Zr (AD3, AD4) ^j	µg/g	49	8 / 40
Pt ^e	µg/g	0,2	4 / 20	Zr (T) ^k	µg/g	75	6 / 30

a Les données sont provenus des digestions avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique)

b Les données sont provenus des digestions avec des divers mélanges d'acides seul

c Les données sont provenus des digestions avec trois acides ((l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique)

d Les données sont provenus des échantillons de 1 à 10 gramme séchés pour une période de temps de 0,5 à 20 heures entre 80 à 105°C. Les données répondent aux conditions pour provisoire. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre informative puisque l'écart type inter-laboratoires obtenu est de 24% par rapport à la moyenne

e Les données sont provenus d'essai pyrognostique avec le plomb avec des échantillons de 25-30 grammes

f Les données sont provenus des digestions avec trois acides

g Les données sont provenus des digestions avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique)

h Les données sont provenus des digestions avec quatre acides dans un vaisseau fermé, des fusions, des pastilles de poudre compacte suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence et de l'analyse instrumentale par activation neutronique

suite

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le RTS-5 (semi-quantitatif seulement) *suite*

i **seul les données provenant la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ont été employées**

j **Les données sont provenus des digestions avec trois acides et quatre acides**

k **Les données sont provenus des digestions avec quatre acides, des fusions et des pastilles de poudre compacte suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x**

SOURCE

RTS-5 est un échantillon type de résidus de minerai avec du nickel, du cuivre et de l'or qui provient de deux sociétés minières canadiennes.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont le quartz (17,1%); la hornblende (8,5%); la chamosite (+Mg) (8,2%); l'albite (8,1%); la dolomite (7,5%); l' oligoclase (6,5%); le clinocllore (+Fe) (6,0%); la kaolinite (5,7%); la muscovite (4,0%); la biotite (3,5%); la hornblende ferrifère (2,8%); la limonite (2,5%); le grenat (2,5%); le yavapaiite (2,2%); la goethite (1,8%); des autres silicates (1,7%); l'olivine (1,5%); le dolomite ferrifère (+Mn) (1,5%); le magnésite ferrifère (+Mn) (1,1%); la pyrite (1,0%); le dolomite ferrifère et la pyrrhotite (0,8%); le feldspath potassique (0,7%) ; le plagioclase (0,6%); la hématite (0,5%); l' eulite (0,4%); l'ilménite et des autres oxides (chacun à 0,3%); la magnétite, la cummingtonite, le magnésio-sidérite, la chalcopryrite, l'apatite et l'arsénopyrite (chacun à 0,2%); la titanomagnétite, le rutile, la titanite et la vésuvianite (chacun à 0,1%); l' ankérite et la calcite (chacun à 0,04%); des minéraux argileux (riche en Mn), la sidérite, la magnésio-sidérite (+Ca) et l'andradite (chacun à 0,03%); la calcite riche en manganèse et des autres minéraux (0,02%); la grunérite, le zircon, la sidérite (+Mn), la rhodochrosite, le magnésio-sidérite (+Mn) et la chromite (chacun à 0,01%).

UTILISATION PRÉVUE

Le RTS-5 peut être employé pour déterminer les teneurs du nickel, du cuivre, et des divers autres éléments dans les résidus aux niveaux de concentration majeure, mineure et de traces. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité et pour l'élaboration de méthodes.

MODE D'EMPLOI

Le RTS-5 doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. Une fois que le sachet scellé a été ouvert, la bouteille doit être entreposée dans un dessiccateur ou scellée de nouveau sous azote, afin de prévenir l'oxydation. Le contenu de la bouteille doit être exposé à l'air le moins possible. 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 32°C. Après le concassage et le tamisage, la récupération de la fraction inférieure à 75 µm était de 70%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 100 g. 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. C'est le seul poids disponible.

HOMOGENÉITÉ

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. Une masse de 0,25 g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant quatre acides, soient les acides chlorhydrique, nitrique, fluorhydrique et perchlorique. La spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage de l'arsenic, du cobalt, du cuivre et du nickel. Le dosage du soufre dans les échantillons de 0,15 g a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge.

En plus, un ensemble de quinze paires de bouteilles a été choisi par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Chaque paire de bouteilles avec les numéros consécutifs a été combinée pour faire un échantillon de 200 grammes. Trois sous-échantillons ont été choisis de chaque bouteille combinée i.e. 200 grammes. Le dosage de l'or a été effectué avec les échantillons de 30 grammes avec la préconcentration d'essai pyrognostique, et suivi par la spectrométrie de masse 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. L'analyse de la variance à un facteur (ANOVA)¹ et des analyses statistiques ont été employées pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée.

VALEURS CERTIFIÉES

Vingt-neuf 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 l'analyse des éléments ont inclus la digestion par des divers combinaisons des acides; et des divers types de fusions suivis par la détermination par la spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. La préparation d'une perle compacte suivie d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été effectuées pour le dosage de plusieurs autres éléments.

Le dosage du carbone a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge

Le dosage du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, l'analyse gravimétrique, divers types des digestions et des fusions suivis par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de fluorescence de rayons x. Le dosage des formes du soufre a été réalisé par les mêmes méthodes que le soufre, et aussi le lessivage suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la chromatographie en phase liquide à haute pression.

Le dosage de l'or a été effectué avec la pyro-analyse avec récupération par le plomb, et suivi par la spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

ANOVA a été employé pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesures 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. Les valeurs moyennes pour vingt-sept analytes ont été certifiées (voir le tableau 1).

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.

VALEURS NON CERTIFIÉES

Vingt-trois 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; ou sinon, 6 ou 7 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce groupe inclut les moyennes pour le baryum et le potassium obtenus par la digestion avec deux acides, et le cérium, le lithium, le molybdène, le rubidium, le thorium, et l'yttrium. Les valeurs informatives de 38 analytes 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

RTS-5 a été offert comme un nouveau matériau en avril 2015.

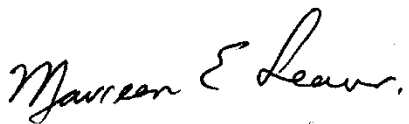
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 avril 2035. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour, si requis, seront publiées sur le site web du PCMRC.

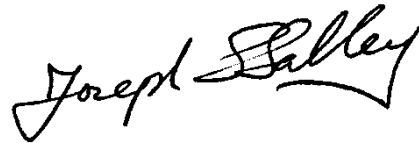
AVIS JURIDIQUE

CanmetMINES a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification inter-laboratoire 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.

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
CanmetMINES (RNCAN)
555, rue Booth, pièce 433
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1
Téléphone : (613) 995-4738
Télécopieur : (613) 943-0573
Courriel : pcmrc@rncan.gc.ca

RÉFÉRENCES

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