



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



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

# Certificat d'analyse

Première édition : septembre 2023

Version : septembre 2023

## CCU-1f

**Matériau de référence certifié : concentré de cuivre**

**Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CCU-1f**

*Les valeurs certifiées, provisoires et indicatives ci-incluses portent sur le matériau tel-quel. L'exception est pour le cuivre qui a les valeurs les deux, pour le matériau, tel-quel, et avec la correction de la masse à l'état sec. Les données pour les autres éléments proviennent principalement des méthodes d'une variété de digestions, la fusion et les techniques avec les instruments. Les techniques spécifiques employées sont indiquées avec l'élément i.e. le tirage (TITN), la combustion (COMB), la digestion avec deux acides (DA2), et la digestion avec deux et trois acides (DA2/3). Les notes en bas de la table indiquent des détails supplémentaires sur les méthodes analytiques utilisées pour déterminer les valeurs. Pour de plus amples renseignements, veuillez consulter le rapport de certification.*

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	157,0	3,1	3,4	1,4
Al (non DA2) <sup>a</sup>	%	0,1203	0,0063	0,0076	0,0036
As	%	0,0821	0,0026	0,0040	0,0015
Au <sup>b</sup>	µg/g	19,08	0,81	0,81	0,43
Ca	%	0,140	0,006	0,014	0,006
Cd	µg/g	110,2	2,6	7,6	3,2
Co	µg/g	304,2	6,0	8,1	3,5
Cu tel-quel, classique <sup>c</sup>	%	23,33	0,09	0,15	0,08

suite

**Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CCU-1f** suite

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Cu correction de la masse à l'état sec, correction, classique <sup>d</sup>	%	23,11	0,09	0,15	0,08
Cu tel-quel, instrumentale <sup>e</sup>	%	23,31	0,30	0,35	0,15
Fe non TITN <sup>e</sup>	%	29,50	0,41	0,82	0,30
Hg <sup>f</sup>	µg/g	12,19	0,49	0,92	0,52
Mg non DA2 <sup>a</sup>	%	0,383	0,006	0,024	0,010
Mn	µg/g	82,9	2,4	6,0	3,0
Pb	%	0,2095	0,0043	0,0073	0,0028
S COMB <sup>g</sup>	%	34,82	0,35	0,64	0,37
S non COMB	%	34,96	0,47	0,47	0,37
Sb	µg/g	85,5	2,9	8,9	4,5
SiO <sub>2</sub> <sup>h</sup>	%	2,015	0,045	0,056	0,035
Te <sup>f</sup>	µg/g	49,9	2,5	8,8	4,9
Tl	µg/g	1,51	0,04	0,14	0,09
Zn	%	4,085	0,049	0,089	0,032

**a** Les données obtenues par digestion avec deux acides, l'acide hydrochlorique et l'acide nitrique, ont été exclues puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes sur la base des tests statistiques.

**b** Les données ont été obtenus principalement par la préconcentration avec la pyroanalyse et des échantillons de 5 à 15 grammes

**c** Les données obtenues par le dosage par iodométrie, ISO 10258:2018, le titrage, ISO 10469:2006, l'électrogravimétrie, et l'analyse gravimétrique sont incluses uniquement sur la base de tests statistiques.

**d** Un valeur calculé des données pour le cuivre, tel-quel, par les méthodes classiques, avec une correction pour l'humidité.

**e** Les données obtenues par les méthodes instrumentales telles que la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la fluorescence aux rayons X, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence sont incluses sur la base des tests statistiques.

**f** Les données ont été obtenues principalement par une variété des digestions avec les acides.

**g** Les données obtenues par l'appareil à combustion étaient incluses seulement, sur la base des tests statistiques.

**h** Les données ont été obtenus principalement par divers types de la fusion.

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

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
<b>Bi<sup>a</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,649</b>	<b>0,041</b>	<b>0,050</b>	<b>0,041</b>
<b>Ce<sup>a,b</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,80</b>	<b>0,05</b>	<b>0,12</b>	<b>0,11</b>
<b>Fe TITN<sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>29,66</b>	<b>0,10</b>	<b>0,28</b>	<b>0,30</b>
<b>Ga<sup>a,b</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>3,39</b>	<b>0,10</b>	<b>0,26</b>	<b>0,24</b>
<b>In<sup>a,b</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>5,71</b>	<b>0,18</b>	<b>0,46</b>	<b>0,49</b>
<b>K<sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,0161</b>	<b>0,0020</b>	<b>0,0032</b>	<b>0,0031</b>
<b>Perte au feu<sup>c</sup></b>	<b>%</b>	<b>19,15</b>	<b>0,29</b>	<b>0,77</b>	<b>0,61</b>
<b>Mo<sup>d,e</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>11,6</b>	<b>0,6</b>	<b>3,7</b>	<b>2,2</b>
<b>Ni<sup>f</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>19,2</b>	<b>0,8</b>	<b>1,4</b>	<b>1,1</b>
<b>Se<sup>g</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>211</b>	<b>9</b>	<b>16</b>	<b>13</b>
<b>Ti</b>	<b>µg/g</b>	<b>52,8</b>	<b>2,2</b>	<b>4,8</b>	<b>4,1</b>
<b>W<sup>a,b</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>1,12</b>	<b>0,14</b>	<b>0,14</b>	<b>0,14</b>

*a Les données ont été obtenues par la digestion avec de l'acides, seulement.*

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

*c Des échantillons de 1 à 3 grammes ont été brûlés pour une période de 1 à 12 heures entre 700 à 1000°C.*

*d Il n'existe pas suffisant de données pour démontre preuves que, sous certaines conditions, la digestion avec deux acides, l'acide hydrochlorique et l'acide nitrique, pourrait donner une digestion incomplète.*

*e Les données ont été classifié provisoire parce que l'écart type intra - laboratoires obtenu est environ 30% de la moyenne.*

*f Les données obtenues par la digestion avec divers mélanges de trois et quatre acides uniquement, étaient incluses, sur la base des tests statistiques.*

*g Les données ont été obtenues par digestion avec trois ou quatre acides et les digestions complètes seulement, sont incluses, sur la base des tests statistiques.*

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

<b>Analyte</b>	<b>Unités</b>	<b>Moyenne</b>	<b>Nombre d'ensembles /valeurs acceptées</b>
<b>Al DA<sup>a</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,07</b>	<b>4/20</b>
<b>Ba</b>	<b>µg/g</b>	<b>7</b>	<b>7/34</b>
<b>C<sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,06</b>	<b>9/44</b>
<b>Cr<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>7</b>	<b>8/40</b>
<b>F</b>	<b>µg/g</b>	<b>80</b>	<b>7/33</b>
<b>Ge<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,8</b>	<b>6/30</b>
<b>Li<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,4</b>	<b>7/34</b>
<b>Mg DA2<sup>a</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,07</b>	<b>4/20</b>
<b>Humidité<sup>d</sup></b>	<b>%</b>	<b>0.96</b>	<b>6/30</b>
<b>Na</b>	<b>%</b>	<b>0,02</b>	<b>9/43</b>
<b>Ni DA2<sup>a</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>13</b>	<b>6/30</b>
<b>P<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>13</b>	<b>7/35</b>
<b>Rb<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,3</b>	<b>7/35</b>
<b>Re<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,005</b>	<b>7/33</b>
<b>Sc<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,5</b>	<b>6/30</b>
<b>Se DA2/3<sup>e</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>200</b>	<b>6/29</b>
<b>Sn<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>9</b>	<b>8/39</b>
<b>Sr<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>2</b>	<b>8/40</b>
<b>U<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,4</b>	<b>8/40</b>
<b>V</b>	<b>µg/g</b>	<b>3</b>	<b>10/50</b>
<b>Y<sup>c</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,8</b>	<b>7/35</b>

*a Les données ont été obtenues par digestion avec l'acide nitrique et l'acide hydrochlorique, seulement.*

*b Les données ont été obtenus par la combustion avec des échantillons de 1 à 3 grammes, brûlés pour une période de 1 à 12 heures entre 700 à 1000°C.*

*c Les données ont été obtenus par la digestion avec divers mélanges d'acides seulement.*

*d Les données ont été obtenus avec les échantillons de 1 à 10 grammes séchés pour une période de 10 minutes à 24 heures à 105°C.*

*e Les données obtenues par divers mélanges de 2 et 3 acides, étaient incluses, sur la base des tests statistiques.*

## **SOURCE**

Le CCU-1f est un concentré de cuivre qui a été fourni par Hudbay Minerals du moulin à Flin Flon, Manitoba, Canada.

## **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont : chalcopyrite (74,19%), pyrite (15,17%), sphalérite (3,64%), mélange de sulfures de fer et cuivre (1,17%), enstatite (0,77%), autres silicates (0,41%), oxyde de fer (0,33%), quartz (0,20%), gypse (0,17%), chlorite - clinocllore (0,16%), galène (0,16%), mélange de aluminosilicates (0,07%), fayalite (0,04%), albite (0,04%), muscovite (0,02%), épidote (0,01%), non classifié (3,44%).

## **UTILISATION PRÉVUE**

Le CCU-1f 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 le développement de méthodes.

## **MODE D'EMPLOI**

Le CCU-1f doit être utilisé « tel quel », sans séchage pour tous les éléments. Le contenu de la bouteille doit être soigneusement 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 changements dans la teneur de l'humidité, causés par l'adsorption ou la perte d'humidité, affecte considérablement la concentration de cuivre.

Pour les applications liées aux échanges commerciaux, les valeurs du cuivre sont généralement indiquées sur une base de masse sèche. Des échantillons séparés doivent être prises pour la détermination de l'humidité et pour la détermination du cuivre en même temps. ISO 9599:2015, Concentrés de sulfures de cuivre, de plomb, de zinc et de nickel - Détermination de la teneur en humidité hygroscopique de l'échantillon à analyser - La méthode gravimétrique, ou une norme similaire, décrit la procédure.

Les valeurs indiquées 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 pour 24 – 72 heures à 32°C, moulée et tamisée. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm (200 mesh) était de 81%. Le produit a été mélangé et a été mis dans des bouteilles contenant 200 grammes chacun. C'est la seule quantité par bouteille qui est disponible. 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 utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Le dosage du cuivre a été réalisé dans trois sous-échantillons par bouteille par électrogravimétrie avec une correction pour les impuretés déposées avec le cuivre et le

résidu de cuivre dans la solution. L'or présent dans trois échantillons de 5 grammes par bouteille a été concentré par une pyroanalyse avec récupération au plomb, suivie du dosage de l'or par une analyse gravimétrique. Des échantillons d'environ 1 gramme, séchés pour 1 heure à 105°C, ont été employés dans chaque détermination. L'homogénéité du matériau pour le plomb et le zinc a été examinée en utilisant un autre groupe de quinze bouteilles choisis par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons de chaque bouteille ont été employés. La digestion de chaque sous-échantillon de 0.5 grammes a été fait avec les acides hydrochlorique, nitrique, fluorhydrique et borique, et suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

L'analyse de variance à un critère de classification (ANOVA)<sup>1</sup> et des analyses statistiques ont été employées pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a pas été trouvé pour tous les éléments.

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**

Vingt 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 ont inclus (i) l'iodométrie, divers méthodes de titrage, ISO 10258:2018, l'électrogravimétrie, l'analyse gravimétrique, et ISO 10469:2006, (ii) la digestion avec divers combinaisons d'acides et la fusion suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, et (iv) la fusion suivi par la spectrométrie de fluorescence aux rayons X.

Le dosage de l'or a été réalisé principalement par la pyroanalyse avec les échantillons de 5 – 15 grammes.

Le dosage de carbone a été réalisé par la combustion suivi par la spectrométrie infrarouge.

Le dosage de fer a été réalisé par (i) les méthodes de titration, (ii) la digestion avec un variété d'acides et la fusion suivi 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, et (iii) la fusion suivi par la spectrométrie de fluorescence aux rayons X.

Le dosage de l'humidité a été réalisé avec les échantillons de 1 à 10 grammes, séchés pour une période de 10 minutes à 24 heures à 105°C.

Le dosage de la perte au feu a été réalisé avec les échantillons de 1 à 3 grammes brûlés pour 1 à 12 heures à 700 à 1000 °C.

Le dosage du soufre a été réalisé par (i) la combustion couplée à la spectrométrie infrarouge; (ii) la digestion avec divers combinaisons d'acides ou la fusion suivi par et l'analyse gravimétrique, ou la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, ou (iii) la fusion suivi par la spectrométrie de fluorescence des rayons X.

Les méthodes pour le dosage des autres éléments ont inclus (i) la digestion avec une variété d'acides avec une plaque chauffante ou un micro-onde, ou différents types des fusions, suivi 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, ou (iii) la poudre compacte, les perles ou la fusion suivi par la spectrométrie de fluorescence aux rayons X.

L'analyse de variance à un critère de classification (ANOVA<sup>1</sup>) 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 et une valeurs moyennes 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 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 33:2017, 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**

Le moyen de chaque de six analytes (voir le tableau 2) a été dérivée 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 plus, l'analyse statistique de 6 ou 7 séries de données remplissait les critères pour une valeur provisoire pour le cérium, gallium, indium and tungstène par divers types de digestions avec l'acide seulement, le fer par titration, et potassium par la digestion avec de l'acide et la fusion. Les valeurs indicatives de 21 éléments indiqués dans le tableau 3 ont été calculées à partir de la moyenne d'au moins 4 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-1f est offert comme un nouveau matériau en septembre 2023.

### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 septembre 2043. 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.

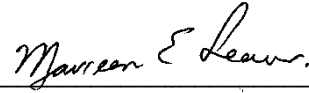
### **AVIS JURIDIQUE**

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.

## AGENTS DE CERTIFICATION



Jeffrey Scott — Chef du projet et Préposé au traitement des données



Maureen E. Leaver — Gestionnaire, PCMRC

## POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

CCU-1f a été préparé en tenant compte des principes énoncés dans les Guides 30, 31, 33 et 35 de l'ISO, et la norme ISO 17034 :2016. Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

### PCMRC

CanmetMINES (RNCAN)  
555 Booth Street, room 104  
Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1

Téléphone : (343) 543-6830

Courriel : [ccmp-pcmrc@nrcan-rncan.gc.ca](mailto:ccmp-pcmrc@nrcan-rncan.gc.ca)

## RÉFÉRENCE

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