



CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : mai 2014

Version : mai 2014

PTC-1b

Matériau de référence certifié : Concentré de sulfure de nickel - cuivre renfermant des métaux nobles

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le PTC-1b

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	53,1	1,6	2,2	1,0
As	µg/g	222	8	29	17
Au ^a	µg/g	1,99	0,11	0,18	0,12
Co	%	0,3253	0,0055	0,0082	0,0038
Cu classique ^b	%	7,919	0,025	0,056	0,033
Cu instrumental ^c	%	7,97	0,09	0,17	0,07
Fe ^d	%	36,78	0,45	0,67	0,28
Humidité ^d	%	0,81	0,03	0,10	0,07
Mg non AD2,3 ^e	%	0,441	0,008	0,027	0,014
Ni classique ^f	%	11,256	0,036	0,092	0,059
Ni instrumental ^c	%	11,29	0,16	0,21	0,10
Pb	%	0,0795	0,0014	0,0029	0,0015
Pd ^a	µg/g	9,46	0,24	0,25	0,20
Pt ^a	µg/g	6,47	0,24	0,44	0,29
S ^g	%	29,95	0,24	0,64	0,27
Si ^h	%	2,468	0,055	0,065	0,044
Zn	%	0,2083	0,0044	0,0063	0,0038

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le PTC-1b *suite*

- a** *Le plus d'ensembles inclut divers types d'une préconcentration d'essai pyrognostique*
- b** *Les données incluent des ensembles provenant du titrage et de l'électrogravimétrie*
- c** *Les données incluent des ensembles provenant des techniques avec des instruments comme 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 fluorescence de rayons-x, et, pour le cuivre uniquement, une analyse instrumentale par activation neutronique*
- d** *Des échantillons de 1 à 10 grammes ont été séchés pour une période de temps de 1 à 60 heures entre 100 à 110°C*
- e** *Les ensembles proviennent de la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) ou trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basé sur des tests statistiques*
- f** *Les données incluent des ensembles provenant d'un titrage, de l'électrogravimétrie et la méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime*
- g** *La digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), divers types de fusions et la technique de combustion ont été employée*
- h** *Tous les ensembles sont provenus d'une fusion pour le préparation*

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le PTC-1b

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al ^a	%	0,7518	0,0059	0,0059	0,0048
Ba ^{a, b}	µg/g	61,5	2,0	2,0	2,3
Ca ^c	%	0,571	0,017	0,083	0,044
Mn non AD2, 3 ^d	%	0,0193	0,0003	0,0021	0,0018
Perte au feu ^e	%	13,44	0,13	0,49	0,38
Se ^{a, b}	µg/g	120	4	10	11
Ti ^a	%	0,0696	0,0023	0,0047	0,0041

- a** *La digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), des fusions et une analyse instrumentale par activation neutronique ont été employés.*
- b** *L'analyse statistique des données justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ensembles de données*
- c** *le seul ensemble par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) a été exclu comme des valeurs aberrantes*
- d** *Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides ou trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*
- e** *Les échantillons de 0,5 à 2,0 grammes ont été séchés pour une période de temps de 1 à 30 heures entre 1000 à 1050°C*

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le PTC-1b (semi-quantitatif seulement)

Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Cd	µg/g	38	7 / 29	Sb ^b	µg/g	6	3 / 11
Cr ^a	%	0,004	6 / 30	Sn ^b	µg/g	120	3 / 13
Ir	µg/g	0,2	3 / 15	Sr ^b	µg/g	30	4 / 14
K ^b	%	0,15	5 / 23	Te ^b	µg/g	30	3 / 11
Mo ^c	µg/g	11	4 / 16	V ^b	µg/g	20	4 / 18
Na ^b	%	0,17	6 / 28	Y ^b	µg/g	3	3 / 11
Rh ^d	µg/g	0,5	3 / 15				

a la digestion avec un micro-onde avec deux acides ((l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique), la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été employés.

b la digestion avec quatre acides, les fusions, et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été employés.

c la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) ou quatre acides ont été employé

d La préconcentration d'essai pyrognostique a été employée pour tous les ensembles

SOURCE

PTC-1b est un concentré de sulfure de nickel - cuivre renfermant des métaux nobles qui a été donné par Vale de son usine de concentration Clarabelle, située à Copper Cliff, en Ontario, Canada. Ceci est la même source que les matériaux précédents, le PTC-1a.

DESCRIPTION

The mineral species include: la pentlandite (34,7%), la chalcopyrite (23,2%), la pyrrhotite (22,4%), la pyrite (5,6%), l'anorthose (4,9%), Fe-Si-S-O (peut-être la danalite, 3,6%), un alliage de Fe-Ni (1,0%), la bravoite (0,8%), la magnétite (0,6%), la biotite and le clinocllore (chacun à 0,5%), le gypsum, la millerite and le quartz (chacun à 0,4%), un autre et la sphalérite (chacun à 0,2%), l'ilménite (0,1%).

UTILISATION PRÉVUE

Le PTC-1b peut être employer pour déterminer les teneurs du nickel, du cuivre, du platine et du palladium et des divers autres éléments dans les concentrés 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 PTC-1b 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 et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm était de 61%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 200 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.

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. Le dosage du nickel a été effectué avec des sous-échantillons de 1 g par la digestion avec des acides, la séparation avec la méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime et l'électrogravimétrie incluant une correction pour des autres éléments qui ont précipité aussi. Le dosage du cuivre a été effectué avec des sous-échantillons de 1 g par la digestion avec des acides et l'électrogravimétrie incluant une correction pour des autres éléments qui ont précipité aussi. Le dosage de l'or, le platine et le palladium a été effectué avec les échantillons de 5 g avec la préconcentration d'essai pyrognostique, et suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence.

Des autres sous-échantillons ont été pris des mêmes 15 bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. 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 du cobalt. La spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage du plomb. Le dosage de l'arsenic a été effectué par une digestion avec l'acide hydrochlorique et l'acide nitrique et avec un micro-onde en employant les échantillons de 0.1 g, suivi par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Le dosage du soufre dans les échantillons de 0,1 g a été réalisé la technique de combustion couplée à la détection infrarouge et la gravimétrie ont été employées. 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 ou 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-six laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en utilisant des méthodes d'analyse de leur choix.

Les méthodes classiques pour le dosage du nickel ont inclus la titration, la méthode gravimétrique à la diméthylglyoxime et l'électrogravimétrie. Les méthodes pour le dosage du cuivre ont inclus la titration avec le thiosulphate, des autres types de titration et l'électrogravimétrie.

Le dosage de l'or, le platine et le palladium a été effectué avec divers types de la préconcentration d'essai pyrognostique, incluant pyro-analyse avec récupération par le sulfure de nickel et pyro-analyse avec récupération par le plomb, et suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

Les méthodes pour l'analyse des éléments ont inclus la digestion par des divers combinaison des acides avec ou sans le brome avec un plaque chauffante ou un micro-onde, et des divers types de fusions suivies 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 compact suivi d'une analyse par la spectrométrie de fluorescence de rayons x et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été effectué pour le dosage de plusieurs autres éléments.

Le dosage du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, la gravimétrie, divers types des digestions et des fusions suivi par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de fluorescence de rayons x.

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 dix-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

Sept 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 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce groupe inclut le baryum et le sélénium. Les valeurs informatives de 13 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

PTC-1b a été offert comme un nouveau matériau en mai 2014.

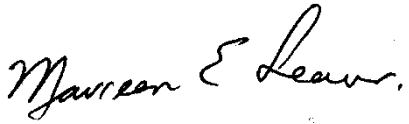
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 mai 2034. 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 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.