



CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : mars 2017

Version : mars 2017

IOC-1

Matériau de référence certifié : minerai de fer

Tableau 1 – Valeurs certifiées de IOC-1

Nota: Les résultats sont fondés sur des échantillons qui ont été séchés pour une période de 1 heure à 105°C. Les données ont généralement été obtenues par différents types de fusions et méthodes de digestions avec acides suivis par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence ou par la fluorescence aux rayons X. Les notes sous la table indiquent plus de détails pour des cas spécifiques. Pour de plus amples renseignements, veuillez consulter le rapport de la certification.

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
CaO (non DA) ^{a, b}	%	0,975	0,007	0,015	0,006
Cr ₂ O ₃	%	0,0224	0,0016	0,0027	0,0013
Fe (T) classique ^c	%	65,66	0,06	0,24	0,16
Fe (T) instr ^d	%	65,62	0,16	0,25	0,13
FeO ^c	%	20,76	0,13	0,29	0,17
Perte au feu ^e	%	0,863	0,024	0,041	0,020
MgO (non DA) ^a	%	1,043	0,010	0,026	0,011
MnO	%	0,472	0,004	0,012	0,005
P	%	0,0120	0,0006	0,0018	0,0008
SiO ₂	%	2,633	0,041	0,048	0,020
TiO ₂	%	0,0429	0,0018	0,0052	0,0024

Suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées de IOC-1 *suite*

- a Les données obtenues par diverses digestions avec acides sont exclus sur la base des tests statistiques.*
- b Il y a certains éléments de preuve que, dans certaines conditions, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence donne des résultats moins précis.*
- c Les données issues par diverses méthodes de titration.*
- d Les données proviennent généralement de divers types de fusions suivis par la fluorescence aux rayons X ou la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence.*
- e Des échantillons de 1 à 5 g ont été brûlé pour une période de 1 à 3 heures entre 1000 à 1050°C, ou par la thermogravimétrie.*

Tableau 2 – Valeurs provisoires de IOC-1

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Al ₂ O ₃ ^a	%	0,184	0,009	0,036	0,015
Co ^b	µg/g	19,99	0,51	0,63	0,71
Mo ^b	µg/g	22,89	0,77	0,98	0,96
S ^c	%	0,00657	0,00059	0,00069	0,00045
Sr ^b	µg/g	4,38	0,25	0,30	0,34
V	µg/g	40,8	2,0	8,7	6,3

- a 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.*
- b L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement que 6 ensembles de données.*
- c Les données proviennent des techniques de combustion couplée à la détection infrarouge et de la fluorescence aux rayons X. Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisqu'un nombre considérable de données n'avaient qu'un chiffre significatif.*

Tableau 3 – Valeurs indicatives de IOC-1 (semi-quantitatif seulement)

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Ba	µg/g	30	7 / 35	La	µg/g	8	3 / 15
C	%	0,9	4 / 20	MgO (DA) ^a	%	0,9	4 / 18
CaO (DA) ^a	%	0,9	3 / 15	Nb	µg/g	3	4 / 20
Ce	µg/g	14	3 / 15	Ni	µg/g	9	8 / 40
Cl ^b	%	0,003	4 / 20	Pb	µg/g	2	3 / 15
CO ₂	%	3	4 / 20	Th	µg/g	0,8	4 / 20
Cu	µg/g	8	6 / 30	W	µg/g	3	3 / 15
Magnétite ^c	%	58	6 / 30	Y	µg/g	3	4 / 20
Ga	µg/g	2	3 / 15	Zn	µg/g	11	7 / 35
K ₂ O	%	0,004	8 / 38	Zr	µg/g	6	5 / 25

a La digestion avec diverses combinaisons d'acides.

b Les données proviennent généralement de la fusion suivie par la fluorescence aux rayons X.

c Les données ont été obtenues par un analyseur de saturation magnétique.

SOURCE

IOC-1 est un minerai de fer qui a été fourni par Iron Ore Company of Canada, Labrador City, Terre-Neuve-et-Labrador, Canada.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont : magnétite (58,7%); hématite (31%); sidérite (3,1%); dolomite (2,6%); quartz (2,4%); goethite (0,7%); magnésite (0,6%); limonite (0,4%); bixbyite (0,2%); apatite, argiles et rhodochrosite (toutes à 0,1%); garnet et autre (les deux à 0,04%); olivine (0,03%); ankérite, calcite, chamosite, clinocllore et ilménite (toutes à 0,02%); albite, biotite, bronzite, eulite, ferrohornblende, hornblende, muscovite et pyrolusite (toutes à 0,01%).

UTILISATION PRÉVUE

Le matériau IOC-1 peut être utilisé pour déterminer les teneurs de fer et des autres éléments majeurs, mineurs et de traces dans les minerais de fer. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

MODE D'EMPLOI

Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. Les échantillons de IOC-1 devraient être séchés pour une période de 1 h à 105°C avant de les peser. Le contenu de la bouteille doit être exposé le moins longtemps que possible à l'air. Le matériau non utilisé doit être entreposé dans un dessiccateur en présence d'un gaz inerte ou placé dans un sachet neuf thermo-scélé 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, broyée, tamisée, mélangée et répartie dans des bouteilles contenant 200 grammes chacune. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm (200 mesh) est de 57 pour cent. Chaque bouteille a été purgée en présence d'azote et scellée dans un sachet fait d'une pellicule laminée d'aluminium et de polyéthylène afin de prévenir l'oxydation.

HOMOGENÉITÉ

Une enquête détaillée de l'homogénéité du matériau a été faite en utilisant quinze bouteilles choisies par une méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. Les échantillons ont été séchés pour une période de 1 h à 105°C. Le dosage du fer total a été réalisé dans des échantillons de 0,25 g par la fusion, la séparation et la titration en employant une méthode semblable à ISO 7258 :1989. Le dosage du fer ferreux dans des échantillons de 0,25 g a été réalisé avec une digestion avec les acides sulfurique et fluorhydrique, l'addition d'acide borique, suivi d'une titration avec bichromate de potassium.

Trois sous-échantillons par bouteille provenant d'un autre ensemble de quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire ont été analysés. Les échantillons ont été séchés pour une période de 1 h à 105°C. Des sous-échantillons de 0,5 g ont été fusionnés avec du borate suivi d'une analyse par fluorescence aux rayons X pour le dosage du calcium, magnésium et du silicium.

Les résultats indiquent que le IOC-1 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

Vingt-sept 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 fer total ont inclus ASTM E246-10; ISO 2597-2:2015; ISO 9507:1990; diverses fusions ou digestions par différents acides suivis par différentes méthodes de titrations, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la fluorescence aux rayons X. Le dosage du fer ferreux a été réalisé par ASTM E246-10, ISO 9035 :1989 et la digestion avec acide suivi par la titration.

Les méthodes employées pour divers autres éléments ont inclus, en général, divers types de fusion ou de digestion avec de l'acide, suivi par 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 et la fluorescence aux rayons X.

Le dosage du carbone et du soufre ont été réalisés par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, la fusion suivie par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, ou ASTM E1019. Le dosage du chlore a été réalisé par fusion suivie de la fluorescence aux rayons X. Le dosage du bioxyde de carbone a été réalisé par combustion couplée à la détection infrarouge. Le dosage de la perte au fer a été réalisé par le pesage après chauffage et l'analyse thermogravimétrique.

Le dosage de la magnétite a été réalisé par un analyseur de saturation magnétique.

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. Onze valeurs moyennes ont été certifiées (voir le tableau 1). Basée sur des tests statistiques, la valeur de deux éléments certifiés, le calcium et le magnésium n'inclut pas les digestions avec 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

Six 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 cobalt, le molybdène et le strontium. Les valeurs indicatives de 20 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

IOC-1 est un nouveau matériau.

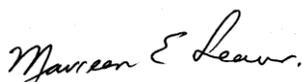
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 mars 2033. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks.

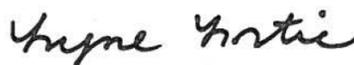
AVIS JURIDIQUE

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



Maureen E. Leaver – Coordinatrice PCMRC



Lyne Lortie – Traitement de données

POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

En général, le matériau IOC-1 a été préparé en tenant compte des principes énoncés dans les Guides 30, 31, 33, 34 et 35 de l'ISO.

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 : [Communiquez avec le PCMRC](#)

RÉFÉRENCES

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