



CCRMP  
Canadian Certified Reference Materials Project

CANMET Mining and Mineral Sciences Laboratories  
555 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1  
Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573  
E-mail: ccrmp@nrcan.gc.ca  
www.ccrmp.ca

PCMRC  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Laboratoires des mines et sciences minérales de CANMET  
555, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1  
Tél. : (613) 995-4738, Téléc. : (613) 943-0573  
Courriel : pcmrc@nrcan.gc.ca  
www.pcmrc.ca

# Certificat d'analyse

Première émission : mars 2008

Version : mars 2008

## CPB-2

Matériau de référence certifié : concentré de plomb

Tableau 1 - Valeurs certifiées pour le CPB-2

Élément	Unités	Moyenne	Écart type au sein du laboratoire	Écart type entre les laboratoires	Intervalle de confiance de la moyenne à 95 %
Al	%	0,074	0,005	0,013	0,010
Cd	%	0,0167	0,0011	0,0017	0,0013
Cu	%	0,1213	0,0031	0,0059	0,0040
Fe	%	7,065	0,043	0,074	0,056
Mg	%	0,0683	0,0035	0,0059	0,0042
Pb	%	63,52	0,10	0,10	0,06
Zn	%	6,04	0,08	0,13	0,08



**Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le CPB-2**

Élément	Unités	Moyenne	Écart type au sein du laboratoire	Écart type entre les laboratoires	Intervalle de confiance de la moyenne à 95 %
<b>Ag</b>	<b>µg/g</b>	357,3	2,2	4,5	4,0
<b>Bi</b>	<b>µg/g</b>	211,2	7,9	9,7	8,3
<b>Ca*</b>	<b>%</b>	0,0776	0,0037	0,0052	0,0053
<b>Hg*</b>	<b>µg/g</b>	10,03	0,32	0,54	0,52
<b>Mn*</b>	<b>%</b>	0,0395	0,0014	0,0037	0,0036
<b>S**</b>	<b>%</b>	17,82	0,20	0,52	0,35
<b>S***</b>	<b>%</b>	18,22	0,09	0,24	0,26
<b>Sb</b>	<b>%</b>	0,423	0,009	0,008	0,008
<b>SiO2</b>	<b>%</b>	0,652	0,023	0,077	0,061

\* L'analyse statistique des résultats pour ces éléments justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 7 ensembles de données

\*\* Méthodes d'essai gravimétriques et méthodes d'essai non gravimétriques

\*\*\* Seulement par méthodes gravimétriques; l'analyse statistique des résultats pour ces éléments justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ensembles de données

**Tableau 3 - Valeurs informatives pour le CPB-2**

L'analyte	Unités	Moyenne	Groupe de laboratoires/ valeurs acceptés
<b>As</b>	<b>%</b>	0,04	13/56
<b>Au</b>	<b>µg/g</b>	0,02	2/6
<b>Ba</b>	<b>µg/g</b>	7	2/5
<b>Co</b>	<b>µg/g</b>	4	3/10
<b>Cr</b>	<b>µg/g</b>	60	5/20
<b>Perte par séchage*</b>	<b>%</b>	0,3	7/30
<b>K</b>	<b>%</b>	0,02	6/21
<b>Mo</b>	<b>µg/g</b>	9	3/10
<b>Na</b>	<b>%</b>	0,01	6/22
<b>Ni</b>	<b>µg/g</b>	11	3/13
<b>Se</b>	<b>µg/g</b>	10	3/15
<b>Sn</b>	<b>%</b>	0,01	3/15
<b>Tl</b>	<b>µg/g</b>	340	6/25

\* Perte par séchage à 105°C pour temps de séchage et poids variables d'échantillons.

## **SOURCE**

Le CPB-2 est un concentré de plomb obtenu par flottation qui provient du concentrateur de l'ancienne mine Sullivan, située à Kimberley, en Colombie-Britannique, au Canada. Le matériau CPB-2 provient de la même mine que le précédent matériau de cette série, soit le matériau CPB-1, qui n'est plus disponible.

## **DESCRIPTION**

Les espèces minérales comprennent la galène (64,7 %), l'anglésite (12,1 %), la sphalérite (10,1 %), la pyrrotite (6,8 %), la pyrite (4,9 %), divers silicates (0,6 %), le quartz (0,3 %), la biotite (0,2 %), la chalcopyrite (0,1 %) et l'apatite (0,1 %).

## **UTILISATION PRÉVUE**

On peut utiliser le CPB-2 pour déterminer les teneurs en plomb et divers autres éléments pour des principaux éléments, des éléments secondaires et des éléments traces en les concentrés de plomb. Il peut être utilisé entre autres pour du contrôle de la qualité, de l'élaboration de méthodes, des évaluations environnementales et de l'étalonnage d'équipement.

## **MODE D'EMPLOI**

Le CPB-2 a doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Il faut bien mélanger le contenu de la bouteille avant d'en prendre des échantillons. Le contenu de la bouteille doit être exposé à l'air le moins possible. Le matériau non utilisé doit être entreposé sous un gaz inerte dans un dessiccateur ou placé dans un sachet thermoscellé neuf fait d'une pellicule d'aluminium laminée. Toute modification de la teneur en eau causée par l'adsorption ou la perte d'humidité peut modifier grandement la concentration en plomb. Les valeurs mentionnées dans la présente sont celles qui ont été obtenues quand les matériaux ont été produits. LMSM-CANMET n'est pas responsable des changements survenant après l'expédition du matériau par l'utilisateur.

## **PRÉCAUTIONS DE MANUTENTION**

Il est recommandé de prendre les mesures de sécurité habituelles, notamment de porter des lunettes de sécurité, un appareil de protection des voies respiratoires dans le cas d'un matériau en particules fines, des gants et un sarrau.

## **MÉTHODE DE PRÉPARATION**

La matière brute a été séché dans un four à 32 °C, durant 16 heures, broyée, moulué, et tamisée pour enlever une fraction en plus de 74 µm. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles qui en contiennent chacune 200 g. Le rendement a été de 93%. Chacune des bouteilles a été scellée en présence d'azote dans un sachet en pellicule d'aluminium laminée Mylar, afin de prévenir l'oxydation.

## **HOMOGÉNÉITÉ**

On a déterminé l'homogénéité du matériau pour le plomb au moyen de vingt-deux bouteilles choisies par échantillonnage aléatoire stratifié. Deux parties provenant de chaque bouteille ont été analysées. Les échantillons ont été analysés selon la norme ISO 13545:2000<sup>1</sup>, par un laboratoire du secteur privé qui est accrédité par le Conseil canadien des normes en vertu des normes CAN-P-1579 et CAN-P-4E (ISO/IEC 17025:2005). On a soumis des échantillons d'environ 0,3 gramme à une digestion dans de l'acide nitrique, de l'acide sulfurique et du brome. On a séparé le plomb des éléments parasites au moyen d'une précipitation. On a dissous dans de l'acétate d'ammonium le sulfate de plomb issu de la précipitation. On a dosé le plomb avec l'éthylènediaminetétracétique en utilisant de l'orange de xylénol comme indicateur.

On a déterminé l'homogénéité du matériau pour l'antimoine, le cuivre, le thallium et le zinc au moyen de seize bouteilles choisies par échantillonnage aléatoire stratifié. Trois parties provenant de chaque bouteille ont été analysées. Les valeurs pour l'antimoine et le thallium ont été déterminées avec le même échantillon de 0,1 gramme, au moyen d'une digestion à micro-ondes, puis d'une spectrométrie de masse à source à plasma inductif. Les valeurs pour le cuivre et le zinc ont été déterminées avec le même échantillon de 0,25 gramme, au moyen d'une digestion dans quatre acides. Cette étape du travail a été réalisée par les LMSM-CANMET.

L'utilisation d'un sous-échantillon plus petit que les quantités susmentionnées invalidera l'utilisation des valeurs certifiées et des paramètres connexes. L'analyse de la variance à un facteur (ANOVA) a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments<sup>2</sup>. Le rapport du carré moyen pour toutes les bouteilles et de celui pour une même bouteille a été comparé à la statistique F, pour un niveau de probabilité de 95 %. Aucune indication d'un manque d'homogénéité n'a été observée pour l'antimoine, le cuivre, le plomb, le thallium et le zinc.

### **VALEURS CERTIFIÉES**

Dix-sept laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en employant des méthodes d'analyse de leur choix. Les valeurs pour le plomb ont été déterminées dans certains cas selon la norme ISO 13545 et aussi au moyen de diverses digestions acides avec brome et sans brome ou d'une fusion, puis d'un titrage ou la fluorescence X. ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur consensuelle et d'autres paramètres statistiques<sup>2</sup> du programme de mesure interlaboratoire. Les valeurs sont réputés être certifiées si ils sont calculées à partir d'au moins 10 ensembles de données qui répondent au critère statistique du PCMRC en matière de concordance des résultats. Les valeurs moyennes pour sept éléments ont été certifiées (voir le tableau 1).

Les valeurs pour les autres éléments ont été déterminées au moyen de diverses digestions dans plusieurs acides, d'une digestion à micro-ondes, de fusions, d'un séchage ou d'une combustion, puis la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, la fluorescence X, l'analyse gravimétrique, l'absorption atomique par la flamme, les titrages ou l'analyse de la vapeur froide.

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 de documents de référence pour évaluer les résultats de laboratoire, les utilisateurs sont dirigés vers 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](http://www.pcmrc.ca), publications, qui est basée sur le Guide ISO 33:2000.

### **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Quatre valeurs provisoires (voir le tableau 2) ont été calculées à partir de 8 ou 9 ensembles de données qui répondent au critère statistique du PCMRC en matière de concordance des résultats, ou sinon, à partir de plus de 10 ensembles de données, sauf si autrement indiqué, qui ne répondent pas aux critères statistiques essentiels du PCMRC, en matière de certification. En outre, l'analyse statistique justifie une classification provisoire, même s'il y a moins d'ensembles, pour le calcium, le manganèse, le mercure et le soufre, par le l'analyse gravimétrique seulement. Des valeurs informatives pour les 13 éléments figurant au tableau 3 ont été calculées à partir des moyennes de 2 ensembles de résultats.

### **TRAÇABILITÉ**

Les valeurs indiquées dans le présent certificat sont basées sur les valeurs consensuelles calculées à partir des analyses statistiques des données provenant du programme de mesure interlaboratoire, et sur les normes utilisées par les divers laboratoires. Le rapport contient tous les renseignements disponibles.

### **HISTORIQUE DE LA CERTIFICATION**

CPB-2 est un nouveau matériau.

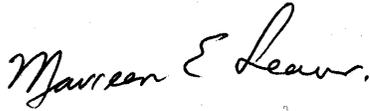
### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans la présente sont valides jusqu'au 31 mars 2030. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour seront publiées au site Web du PCMRC.

## AVIS JURIDIQUE

LMSM-CANMET a produit ce matériau de référence et évalué statistiquement les données analytiques du programme de certification interlaboratoire du mieux qu'il le pouvait. Sur réception de la présente, l'acheteur garantit LMSM-CANMET contre toute responsabilité et tout coût découlant de l'utilisation de ce matériau et de cette information.

## AGENTS DE CERTIFICATION



Maureen E. Leaver - Coordonnatrice de PCMRC



Joseph Salley – Responsables des données

## POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification du CPB-2 est distribué gratuitement sur demande :

**PCMRC**  
**LMSM-CANMET (RNCAN)**  
555, rue Booth  
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1  
Téléphone : (613) 995-4738  
Télécopieur : (613) 943-0573  
Courriel : [pcmrc@rncan.gc.ca](mailto:pcmrc@rncan.gc.ca)

## RÉFÉRENCES

1. ISO 13545:2000 (E), Lead sulfide concentrates – determination of lead content – EDTA titration method after acid digestion, [www.iso.org](http://www.iso.org).
2. Brownlee, K.A., Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering; John-Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.