



# Certificat d'analyse

Première édition : mars 2020

Version : mars 2020

## CPB-3

Matériau de référence certifié : un concentré de plomb

Tableau 1 – Valeurs certifiées de CPB-3

*Les valeurs certifiées, provisoires et indicatives ci-incluses portent sur le matériau tel-quel. L'exception est pour le plomb qui a les valeurs pour le matériau, tel-quel et suite à la correction de la masse à l'état sec. Les valeurs pour les éléments proviennent principalement d'une variété de méthodes de la digestion et d'autres préparations suivies par une analyse instrumentale. Pour quelques éléments, les notes en bas des tableaux indiquent des détails supplémentaires sur les méthodes analytiques employées pour la détermination des valeurs. 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 %
Ag <sup>a</sup>	µg/g	2790	11	18	12
Al	%	0,203	0,005	0,011	0,006
Ca	%	0,059	0,004	0,010	0,006
Cd	%	0,0652	0,0010	0,0027	0,0013
Co	µg/g	13,6	0,6	1,1	0,7
Cr	%	0,0102	0,0006	0,0016	0,0010
Cu	%	0,240	0,003	0,012	0,005
Fe	%	8,45	0,07	0,21	0,09

*suite*

**Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CPB-3** suite

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Hg <sup>b</sup>	µg/g	40,8	1,2	1,2	0,7
Mg	%	0,1062	0,0025	0,0056	0,0029
Ni	µg/g	16,8	0,8	3,1	2,2
Pb tel-quel, classique <sup>c</sup>	%	57,94	0,09	0,20	0,10
Pb correction de la masse à l'état sec, classique <sup>d</sup>	%	58,02	0,09	0,21	0,10
Pb tel-quel, instrumentale <sup>e</sup>	%	58,53	0,33	0,90	0,65
Sb	%	0,580	0,010	0,019	0,010
SiO <sub>2</sub>	%	2,62	0,04	0,17	0,09
Zn	%	5,96	0,05	0,14	0,06

- a* Seulement que les données provenant de diverses méthodes de préconcentration par essai pyrognostique ont été utilisées, basé sur les tests statistiques.
- b* Seulement que les données provenant de diverses méthodes de digestion avec des acides, ont été utilisées.
- c* Seulement que les données provenant de ISO 13545 :2000, et des méthodes semblables de digestion et de titration ont été incluses, basée sur les tests statistiques.
- d* Seulement que les données provenant de ISO 13545 :2000, et des méthodes semblables de digestion et de titration, ont été incluses, basée sur les tests statistiques, et suite à la correction de la masse à l'état sec.
- e* Les données provenant de (i) diverses méthodes de digestion avec des acides suivie par la spectrométrie d'absorption atomique ou à plasma inductif - spectrométrie d'émission atomique ou (ii) la fusion ou un pellet fondu suivie par la fluorescence X ont été incluses, basé sur les tests statistiques.

**Tableau 2 – Valeurs provisoire de CPB-3**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
<b>As</b>	<b>%</b>	<b>0,0391</b>	<b>0,0008</b>	<b>0,0039</b>	<b>0,0020</b>
<b>Au <sup>a</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>0,119</b>	<b>0,009</b>	<b>0,011</b>	<b>0,012</b>
<b>C <sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>1,037</b>	<b>0,029</b>	<b>0,029</b>	<b>0,018</b>
<b>Mn</b>	<b>%</b>	<b>0,421</b>	<b>0,004</b>	<b>0,021</b>	<b>0,010</b>
<b>S <sup>c</sup></b>	<b>%</b>	<b>17,03</b>	<b>0,09</b>	<b>0,49</b>	<b>0,23</b>

*a Les données proviennent de divers types de méthodes d'essai pyrognostique sur des échantillons de 10 à 13 grammes; l'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement que 6 ensembles de données.*

*b Les données proviennent principalement d'un instrument utilisent une technique de combustion couplée à la détection infrarouge.*

*c Les données t proviennent des méthodes gravimétriques, la combustion couplée à la détection infrarouge et diverses méthodes de digestion avec des acides suivie par la spectrométrie d'émission optique à plasma induit par la haute fréquence.*

**Tableau 3 – Valeurs indicatives de CPB-3 (seulement que semi-quantitatives)**

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
<b>Ag <sup>a</sup></b>	<b>µg/g</b>	<b>2850</b>	<b>6 / 30</b>
<b>Ba</b>	<b>µg/g</b>	<b>60</b>	<b>5 / 22</b>
<b>Humidité <sup>b</sup></b>	<b>%</b>	<b>0,15</b>	<b>16 /72</b>

*Suite*

**Tableau 3 – Valeurs indicatives de CPB-3 (seulement que - quantitatives )** *Suite*

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
K	%	0,09	11 / 53
La <sup>c</sup>	µg/g	2	4 / 13
Na	%	0,01	5 / 22
Sn <sup>c</sup>	µg/g	6	6 / 20
Sr	µg/g	3	5 / 20
Th	µg/g	0,4	4 / 13
Y	µg/g	2	5 / 20

- a Les données proviennent de diverses méthodes de digestion avec des acides suivie par le dosage avec divers types d'instruments, et la fusion suivie par la fluorescence au rayons X.*
- b Les données ont été obtenues d'échantillons de 1 à 20 grammes séchés pour une période de 1 à 8 heures à 105°C.*
- c Les données proviennent uniquement de diverses types de digestion avec des acides.*

#### **SOURCE**

Le CPB-3 est un matériau de référence pour un concentré de plomb qui a été donné par une raffinerie de l'Amérique du Nord.

#### **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentent sont : anglesite (3.9%), galène (65.5%), hématite (3.9%), pyrite (9.2%), quartz (2.0%), sidérite (5.6%), autres silicates (0.9%), sphalérite (8.7%), tetrahedrite – tennantite (0.4%).

#### **UTILISATION PRÉVUE**

Le CPB-3 peut être utilisé pour déterminer les teneurs en plomb et autres éléments majeurs, mineurs et de traces dans les concentrés de plomb. Il peut être utilisé entre autre pour le contrôle de la qualité et l'élaboration de méthodes.

#### **MODE D'EMPLOI**

Le CPB-3 doit être utilisé « tel-quel », sans séchage pour tous les éléments. Le contenu de la bouteille doit être bien 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 nouveau sachet thermo scellé fabriqué d'une pellicule d'aluminium laminée. Les changements dans la teneur en humidité, causés par l'adsorption ou la perte d'humidité, affecte considérablement la concentration de plomb.

Pour les demandes liées aux échanges commerciaux, les valeurs de plomb sont généralement déclarées avec la correction de la masse à l'état sec. Des échantillons distincts pour le dosage de l'humidité et du plomb devraient être prise en même temps. La norme ISO 9599:2015, concentré de sulfure de plomb, zinc et nickel - Détermination de la teneur en humidité hygroscopique de l'analyse de l'échantillon - Méthode gravimétrique, ou une norme semblable, décrit la procédure.

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 pendant 24 heures à 32°C, moulue et tamisée, La récupération de la fraction inférieure à 75 µm (200 mesh) était de 81%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles contenant 100 grammes chacune. 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 détail en utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés pour le plomb par une méthode semblable à ISO 13545:2000, Les concentrés de sulfure de plomb - La teneur en plomb - Méthode de titrage EDTA après une digestion avec des acides. Après la fusion des résidus non soluble dans des acides, le dosage de plomb a été réalisé par la spectrométrie d'absorption atomique. Des échantillons d'environ 0,5 grammes ont été utilisés. L'homogénéité du matériau pour le cadmium, le cuivre et le zinc a été examinée en détail en utilisant un autre groupe de quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Chaque sous-échantillons de 0,5 grammes a été digéré en utilisant les acides hydrochlorique, nitrique, hydrofluorique et perchlorique suivie par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. Un laboratoire qui est accrédité par le Conseil canadien des normes pour ISO/IEC 17025:2017 a effectué ces analyses.

L'analyse de variance à un critère de classification (ANOVA)<sup>1</sup> et des analyses statistiques ont été employés pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée 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-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 pour le dosage de l'argent étaient l'essai pyrognostique ou la digestion avec une variété d'acides suivie par l'analyse gravimétrique, 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.

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

Le dosage du chlore a été réalisé par la digestion avec des acides ou la fusion suivie par la titration ou l'analyse gravimétrique; chromatographie par échange d'ions ou la spectroscopie de fluorescence aux rayons X.

Le dosage du fluor a été réalisé par la fusion ou le pellet fondu suivie par l'utilisation d'une électrode ionique spécifique, chromatographie par échange d'ions ou la spectroscopie de fluorescence aux rayons X.

Le dosage de l'humidité a été réalisé avec les échantillons de 1 à 20 grammes, séchés pour une période variant de 1 à 8 heures à 105°C.

Le dosage du mercure a été réalisé par la digestion avec des acides sur un plaque chauffant ou avec un micro-onde suivie par la spectrométrie d'absorption atomique de vapeur froide, 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.

Le dosage d'or a été réalisé par l'essai pyrognostique suivie par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme et la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence.

Les méthodes pour le dosage du plomb ont inclus (i) ISO 13545 : 2000, et diverses méthodes semblables de digestion, de fusion et de titration, (ii) la digestion avec une variété d'acides et la fusion suivie par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, ou la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, et (iii) le pellet fondu, la fusion ou la poudre compacte suivie la spectroscopie de fluorescence aux rayons X.

Le dosage du soufre a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge; et la digestion avec des acides ou la fusion ou le pellet fondu suivi de l'analyse gravimétrique, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence.

Les méthodes pour le dosage d'une variété d'éléments ont inclus (i) la digestion avec une variété d'acides sur une plaque chauffante ou avec un micro-onde, ou divers types de fusions, suivie 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, le pellet fondu, et la fusion suivie par la fluorescence aux rayons X.

ANOVA 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. Dix-sept 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

Cinq 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 10 séries et plus de données qui ne répondent pas aux critères statistiques essentiels du PCMRC. Les analyses statistiques pour les six séries de données pour l'or provenant de l'essai pyrognostique justifient une valeur provisoire. Les valeurs indicatives de 10 éléments figurant au 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

CPB-3 a été offert comme un nouveau matériau en mars 2020.

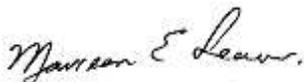
## PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 mars 2040. 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.

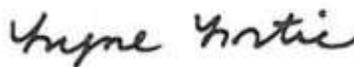
## AVIS JURIDIQUE

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.

## AGENT DE CERTIFICATION



Maureen E. Leaver – Coordonnatrice PCMRC



Lyne Lortie – Traitement de données

## POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le matériau CPB-3 a été préparé en tenant compte des principes énoncés dans les Guides de l'ISO 30, 31, 33 et 35 et ISO 17034. Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

### PCMRC

CanmetMINES (RNCan)

555, rue Booth, pièce 433

Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1

Téléphone : (613) 995-473

Télécopieur : (613) 943-0573

Courriel: [NRCan.ccrmp-pcmrc.RNCan@canada.ca](mailto:NRCan.ccrmp-pcmrc.RNCan@canada.ca)

## RÉFÉRENCES

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