



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 des 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 édition : janvier 2010

Version : janvier 2010

CZN-4

Matériau de référence certifié : concentré type de zinc

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le CZN-4

Élément	Unités	Moyenne	Écart type au sein du laboratoire	Écart type entre les laboratoires	Intervalle de confiance de la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	51,4	1,3	1,4	0,7
Al	%	0,0715	0,0027	0,0086	0,0063
As	%	0,0356	0,0009	0,0015	0,0011
Cd	%	0,2604	0,0046	0,0141	0,0074
Co	µg/g	93,5	3,3	6,4	3,7
Cu	%	0,403	0,011	0,010	0,006
Hg	µg/g	4,54	0,28	0,57	0,40
Pb	%	0,1861	0,0059	0,0085	0,0044
S	%	33,07	0,23	0,56	0,34
Se	µg/g	86,7	2,7	6,1	4,5
Si	%	0,295	0,013	0,026	0,019
Zn TITN	%	55,24	0,06	0,24	0,12

TITN = les méthodes avec titrage



Natural Resources
Canada

Ressources naturelles
Canada

Canada

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le CZN-4

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ca*	%	0,0419	0,0021	0,0057	0,0061
Fe TITN	%	9,086	0,062	0,055	0,052
Fe non TITN	%	9,02	0,07	0,33	0,22
Mg*	%	0,0352	0,0010	0,0014	0,0014
humidité	%	0,149	0,014	0,012	0,012
Zn non TITN	%	55,07	0,38	0,56	0,49

* *L'analyse statistique des résultats pour ces éléments justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ensembles de données pour le calcium et 7 ensembles de données pour le magnésium*
L'humidité a été déterminée à 100 – 107°C pendant jusqu' à 24 heures avec des échantillons de masses différentes en absence d'azote
TITN = les méthodes avec titrage
Non TITN = les méthodes sans titrage

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le CZN-4

Élément	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles / valeurs acceptées
Au	µg/g	0,04	3 / 15
Bi	µg/g	10	5 / 25
C	%	0,09	4 / 20
Cl	%	0,003	4 / 17
F	%	0,004	7 / 35
In	%	0,020	8 / 40
Mn	%	0,009	5 / 25
Ni	µg/g	16	7 / 35
Sb	µg/g	10	5 / 25
Sn	%	0,05	6 / 30

SOURCE

CZN-4 est un concentré type de zinc (flottation de sulfure) qui a été donné par Xstrata Copper Canada Division, Kidd Metallurgical Site, Timmins, Ontario, Canada. La matière brute provient de la même source que le matériau précédent, CZN-3.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont la sphalérite (90,6%), la pyrite (4,1%), la pyrrhotite (3,3%), les oxydes de fer (0,5%), le quartz (0,5%), la chalcopryrite (0,3%), une variété d'autres silicates (0,2%), l'ankérite (0,1%), l'arsénopyrite, la cassitérite, le chlorite et la galène (tous à 0,1%).

UTILISATION PRÉVUE

Le CZN-4 peut être utilisé pour déterminer les teneurs en zinc et ainsi que la teneur des éléments majeurs, mineurs et de traces dans les concentrés du zinc. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

MODE D'EMPLOI

Le CZN-4 doit être utilisé « tel quel », sans séchage. 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 sachet thermoscellé neuf fabriqué d'une pellicule d'aluminium et polyester laminée. Les valeurs attribuées sont valides à la date à laquelle le matériau a été produit. LMSM-CANMET 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 pendant 16 heures et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 74 µm. Quatre-vingt-dix pour cent de la matière brute a été broyée jusqu'à l'obtention de particules inférieures à 75 µm. 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.

HOMOGÉNÉITÉ

On a vérifié l'homogénéité du matériau en utilisant quinze bouteilles choisies par la méthode d'échantillonnage aléatoire stratifié. Trois sous-échantillons par bouteille ont été analysés. Les sous-échantillons ont été analysés pour le zinc en digérant 0,25 g à l'aide des acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique. Les éléments qui interféraient ont été éliminés par précipitation et en utilisant des agents complexants. Un titrage avec l'acide éthylènediaminetétracétique a été utilisé pour déterminer la concentration de zinc. Des corrections ont été réalisées pour le plomb et le zinc en analysant le filtrat par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme et les fusions des résidus de la portion acide. Des échantillons de 0,25 g de chaque sous-échantillon ont été analysés pour le cuivre et le plomb en les digérant à l'aide de quatre acides suivi d'une analyse par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. 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 a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée pour le cuivre, le plomb et le zinc.

VALEURS CERTIFIÉES

Vingt-trois (23) laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en utilisant des méthodes d'analyse de leur choix. Les méthodes utilisées pour le zinc sont les digestions par différents acides suivies par la séparation du fer, l'utilisation d'agents complexants, et l'analyse du filtrat par la spectrométrie d'absorption atomique à flamme, et la fusion du résidu, l'échange d'ions et l'extraction par les solvants. La détermination implique le titrage avec l'acide éthylènediaminetétracétique et le ferrocyanure, spectroscopie d'absorption atomique à la flamme, et l'analyse instrumentale par activation neutronique. Les perles de fusion ou la fusion suivies par la spectrométrie des rayons-x ainsi que ISO 12739:2006 and ISO/TC 183 N 360, ont été utilisées par quelques laboratoires.

La teneur des autres éléments a été déterminée à l'aide de la digestion par différents acides et la digestion micro-onde, la fusion, le pyro-analyse (pour l'or et l'argent), par la spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, l'analyse gravimétrique, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et analyse instrumentale par activation neutronique. Des Laboratoires ont ajouté du brome pour détruire les résidus organiques.

Le carbone a été déterminé par la technique de combustion couplée à la détection infra rouge. Le sulfure a été déterminé de façon similaire et aussi par la digestion par les acides, les fusions, et le frittage suivi par l'analyse gravimétrique et la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. Le chlore a été séparé des autres éléments par distillation, par digestions à l'aide d'acides et par combustion. L'analyse a été réalisée par spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, par titrage colorimétrique, un titrage, photométrie et électrode spécifique. Des perles de fusion suivies par l'analyse par spectrométrie des rayons-X a également été utilisée. Le mercure a été déterminé par différentes digestions et combustions, par génération d'hydrures et vapeurs froides, spectroscopie d'absorption atomique sans flamme et ASTM D 6722.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesures interlaboratoires. 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 douze (12) éléments 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

La valeur provisoire obtenue par les méthodes sans titrage pour le fer (voir le tableau 2) est calculée à partir de 11 ensembles de données qui ne répondent pas aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats pour la certification. Les valeurs obtenues par titrage pour le fer et l'humidité ainsi que celle obtenue pour le zinc par les méthodes sans titrage ont toutes été obtenues avec moins de 10 ensembles de données et répondent aux critères statistiques du PCMRC en matière de concordance des résultats pour les valeurs provisoires. De plus, les valeurs provisoires du calcium et du magnésium ont été déterminées par l'analyse statistique de 6 ensembles de données pour le calcium et 7 ensembles de données pour le magnésium. Les valeurs informatives de dix (10) 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 calculées qui ont 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

CZN-4 est un nouveau matériau.

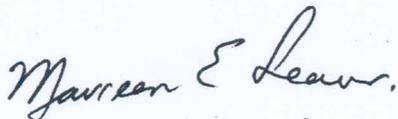
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 janvier 2032. 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.

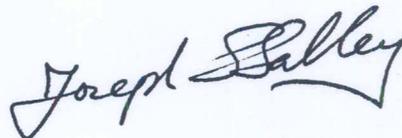
AVIS JURIDIQUE

LMSM-CANMET a préparé ce matériau de référence et a effectué l'évaluation statistique des données analytiques du programme de certification interlaboratoire de son mieux et dans la mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau, l'acheteur décharge LMSM-CANMET de toute responsabilité et de tout frais et garantit LMSM-CANMET contre toute responsabilité et tout frais, relativement à l'utilisation de ce matériau et des renseignements fournis.

AGENTS DE CERTIFICATION



Maureen Leaver- Coordonnatrice, PCMRC



Joseph Salley, Traitement de données

POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification est distribué gratuitement sur demande :

PCMRC
LMSM-CANMET (RNCAN)
555, rue Booth, pièce 433
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1
Téléphone : (613) 995-4738
Télécopieur : (613) 943-0573
Courriel : pcmrc@rncan.gc.ca

RÉFÉRENCE

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