



CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : mars 2010

Version : mars 2010

RTS-3a

Matériau de référence certifié : échantillon type de résidus de minerai

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le RTS-3a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoire	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	11,1	0,6	1,0	0,4
Al non AD2 ^a	%	5,12	0,08	0,14	0,07
As	µg/g	18,2	1,6	2,6	1,5
Ba non AD2 ^a	µg/g	106	9	16	8
Bi	µg/g	31,3	1,6	1,7	1,0
Ca non AD2 ^a	%	2,14	0,05	0,10	0,05
Cd	µg/g	9,21	0,30	0,85	0,40
Co	µg/g	143	3	12	4
Cu	%	0,2353	0,0046	0,0082	0,0030
Fe ^b	%	20,49	0,31	0,55	0,27
K non AD2 ^a	%	0,460	0,014	0,027	0,013
Mg non AD2 ^a	%	2,483	0,054	0,071	0,032
Mn non AD2 ^a	%	0,1585	0,0035	0,0091	0,0045
Na non AD2 ^c	%	0,684	0,017	0,011	0,006
Ni	µg/g	61,3	1,8	6,5	2,5

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le RTS-3a *suite*

Pb	µg/g	209	5	21	7
S non AD2^a	%	9,59	0,12	0,23	0,12
Si	%	18,28	0,15	0,30	0,20
Sr non AD2^c	µg/g	44,7	1,2	3,2	1,8
Zn	µg/g	2890	50	140	50

a Les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues de la valeur certifiée puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes de la méthode utilisée selon les modèles statistiques appliqués (non AD2)

b Les données obtenues par digestion avec un ou deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues de la valeur certifiée puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes de la méthode utilisée selon les modèles statistiques appliqués. Seules les données obtenues par les méthodes instrumentales ont été incluses dans la valeur certifiée

c Les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues de la valeur certifiée puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes selon les modèles statistiques appliqués. (non AD2)

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le RTS-3a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Au^d	µg/g	0,561	0,108	0,052	0,060
Cr non AD2^a	µg/g	176	7	26	13
P non AD2^a	%	0,0446	0,0014	0,0046	0,0036
Sb non AD2^{a,e}	µg/g	2,83	0,12	0,22	0,23
Se	µg/g	44,8	1,5	8,9	5,7
Ti non AD2^c	%	0,351	0,008	0,052	0,027
Zr non AD2^a	µg/g	78	3	12	7

a Les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues de la valeur certifiée puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes de la méthode utilisée selon les modèles statistiques appliqués (non AD2)

c Les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues de la valeur certifiée puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes selon les modèles statistiques appliqués. (non AD2)

d Pyroanalyse seulement

e L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ensembles de données pour l'antimoine

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le RTS-3a

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Al AD2	%	2,5	5/25	PF	%	10,6	3/15
C	%	0,04	8/40	Nb	µg/g	4	3/15
Ca AD2	%	0,8	4/20	Pd	µg/g	0,004	4/20
Ce	µg/g	30	4/20	Rb	µg/g	13	3/15
CO ₂	%	0,04	3/15	S élémental	%	1,2	4/20
Cr AD2	µg/g	130	7/35	S sulfate	%	1,1	6/30
Cs	µg/g	0,4	3/15	S sulfure	%	8	4/20
Fe TIT	%	20,49	5/26	Sb AD2	µg/g	2	4/20
Ga	µg/g	30	5/25	Sc	µg/g	10	6/30
Hf	µg/g	2	4/20	Tb	µg/g	0,5	3/15
In	µg/g	1,6	4/20	Te	µg/g	2,0	5/25
K AD2	%	0,12	5/24	Th	µg/g	1,4	4/20
La	µg/g	10	4/20	Tl	µg/g	3	4/20
Li	µg/g	10	3/15	U	µg/g	0,3	5/25
Mg AD2	%	1,4	4/20	V	µg/g	120	6/30
Mn AD2	%	0,07	5/25	W	µg/g	5	5/25
Mo	µg/g	3	5/25	Y	µg/g	10	5/25
P AD2	%	0,036	4/20				

AD2 digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique

PF perte au fer à 950°C

TIT les titrages seulement

Les paramètres statistiques obtenus par titrage pour le fer

- Écart type intra-laboratoire = 0,02%
- Écart type inter-laboratoire = 0,08%
- Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 % = 0,05%

SOURCE

RTS-3a est un résidu de minerai sulfuré provenant de la zone non oxydée des résidus de Waite-Amulet, située au nord de Noranda, QC, Canada. La matière brute a été fournie par Xstrata Copper. La matière brute provient de la même source que le matériau précédent, RTS-3.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont le quartz (18,0%), la pyrrhotite (16,6%), l'amphibole (15,1%), le clinocllore (9,3%), le K-feldspath (6,1%), la vermiculite (6,0%), l'albite (5,8%), la magnétite (5,7%), la pyrite (5,0%), le pyroxène (4,7%), la cummingtonite (3,8%), la muscovite (1,4%), le gypse (0,7%), l'ilménite (0,5%), la chalcopirite et la titanite (les deux à 0,3%), la sphalérite et le talc (les deux à 0,2%); la cassitérite, la jarosite et la tétraédrite – la tennantite (les trois à 0,1%).

UTILISATION PRÉVUE

Le RTS-3a peut être utilisé pour déterminer les teneurs des éléments majeurs, mineurs et de traces dans les résidus. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

MODE D'EMPLOI

Le RTS-3a 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, concassée, broyée et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. Soixante dix-sept pourcent des particules inférieures à 75 µm ont été récupérées. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 100 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.

HOMOGENÉITÉ

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. Une masse de 0,01g de chaque sous-échantillon a été digérée à l'aide des acides chlorhydrique et nitrique dans un four micro-onde et analysée pour l'arsenic par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Une masse de 0,25g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant 4 acides soient les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique et analysée pour le cobalt, le cuivre et le zinc par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. Une masse de 0,15g de chaque sous-échantillon a été analysée pour le soufre à l'aide d'un appareil de combustion couplé à un détecteur infrarouge. 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 l'arsenic, le cobalt, le cuivre, le soufre et le zinc.

VALEURS CERTIFIÉES

Vingt-cinq 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 sont la digestion par différents acides, la digestion micro-onde, la fusion, différents types de pyroanalyse (pour l'or), 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, et la spectrométrie d'absorption atomique au four graphite. La fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x, et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été utilisées pour déterminer plusieurs autres éléments. La spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures a été utilisée pour déterminer l'arsenic, l'antimoine, le

bismuth et le tellure. La photométrie, le titrage et la spectrométrie infrarouge ont été utilisés pour déterminer le dioxyde de carbone.

Le dosage du fer a été déterminé au moyen de la digestion par différents acides et différentes fusions suivies par la spectrométrie d'absorption atomique à la flamme, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, le titrage ainsi que les fusions suivies par l'analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x. La valeur moyenne pour le fer obtenue par les méthodes instrumentales est identique à celle obtenue par titrage. En se basant sur le test F, la valeur moyenne des séries par titrage a été séparée de celle obtenue par les méthodes instrumentales de façon à rapporter une meilleure exactitude sur la moyenne pour le titrage. La valeur moyenne des séries par les méthodes instrumentales répond aux critères statistiques de certification. La moyenne des séries par titrage répond aux critères de valeur informative.

Le dosage du soufre a été déterminé par la digestion par différents acides, différentes séparations classiques suivies par l'analyse gravimétrique, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ainsi qu'un appareil de combustion couplé à un détecteur infrarouge. Le soufre élémentaire ainsi que le soufre sous forme de sulfate et de sulfure a été analysé par différentes lixiviations, la calcination, différentes séparations, la combustion et les mêmes méthodes que celles utilisées pour le soufre, ainsi que la chromatographie en phase liquide à haute performance.

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 vingt éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). Basée sur des tests statistiques, la valeur de beaucoup d'éléments certifiés n'inclue pas les digestions par deux 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 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

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. De plus, l'analyse statistique des données justifie une classification provisoire pour les 6 séries de données pour l'antimoine obtenues par toutes les méthodes sauf les digestions par deux acides. Les valeurs informatives de 35 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

RTS-3a est un nouveau matériau.

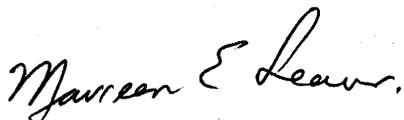
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 mars 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 inter-laboratoire au meilleur de ses connaissances et dans la mesure de ses moyens. À la réception de ce matériau l'acheteur décharge LMSM-CANMET contre toute responsabilité et tout coût 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.