



CCRMP

Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC

Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : février 2011

Version : juin 2011

WMG-1a

Matériau de référence certifié : Gabbro minéralisé avec de l'or et d'éléments du groupe du platine

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le WMG-1a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	3.03	0.14	0.20	0.10
Al no AD2^a	%	4.75	0.06	0.12	0.05
As	µg/g	5.99	0.93	0.93	0.43
Ba no AD2^a	µg/g	216	6	18	8
Ca no AD2^a	%	10.06	0.16	0.39	0.17
Co	µg/g	191	5	16	6
Cr AD4^b	µg/g	670	40	120	80
Cr T^c	µg/g	804	18	47	31
Cu	µg/g	7120	120	300	120
Dy	µg/g	2.291	0.060	0.060	0.042
Fe no AD2,3^d	%	12.71	0.20	0.56	0.23
K no AD2^a	%	0.1021	0.0054	0.0069	0.0038
La no AD2^a	µg/g	8.47	0.21	0.48	0.26
Mg no AD2^a	%	7.41	0.10	0.26	0.11
Mo	µg/g	2.49	0.14	0.20	0.14
Na no AD2^a	%	0.1119	0.0043	0.0090	0.0046
Nd	µg/g	9.41	0.17	0.48	0.32
Ni	µg/g	2480	50	100	40
P	%	0.0731	0.0032	0.0040	0.0019
Pd	µg/g	0.484	0.013	0.018	0.009

suite

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le WMG-1a *suite*

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Pt	µg/g	0.899	0.021	0.036	0.018
S no AD ^e	%	3.43	0.04	0.11	0.07
Sc no AD2 ^a	µg/g	21.33	0.51	1.28	0.78
Se	µg/g	14.1	0.6	1.4	0.9
Si	%	18.27	0.15	0.20	0.13
Sm	µg/g	2.211	0.062	0.062	0.040
Sr no AD2 ^a	µg/g	39.0	1.0	3.4	1.7
Th	µg/g	1.07	0.05	0.11	0.06
Ti no AD2 ^a	%	0.419	0.011	0.016	0.007
V no AD2 ^a	µg/g	158	4	13	6
Y no AD2 ^a	µg/g	12.67	0.37	0.85	0.50
Zn	µg/g	112	6	17	7
Zr AD4 ^b	µg/g	35.7	1.0	2.3	1.5

a Les ensembles obtenus par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques

b Les ensembles obtenus par digestion avec quatre acides, habituellement l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques

c Les ensembles obtenus par les méthodes de récupération totale telles que les différentes fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique sont inclus uniquement; les ensembles obtenus par digestion avec les acides furent exclus puisque les données sont considérées comme valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques

d Les ensembles obtenus par digestion avec deux ou trois acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, avec ou sans l'acide fluorhydrique sont exclus puisque les données obtenues sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques

e Les ensembles obtenus par les méthodes de combustion et de fusions sont inclus uniquement

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le WMG-1a

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Au ^a	µg/g	0.0617	0.0117	0.0117	0.0039
Bi ^b	µg/g	0.251	0.019	0.019	0.012
Cd AD4 ^{b, c}	µg/g	0.818	0.057	0.090	0.086
Ce no AD2 ^{a,d}	µg/g	17.18	0.45	0.56	0.42
Er ^b	µg/g	1.34	0.040	0.086	0.081
Eu	µg/g	0.733	0.027	0.053	0.042

Suite

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le WMG-1a *suite*

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ga	µg/g	12.4	0.5	3.5	1.9
Gd ^b	µg/g	2.351	0.066	0.075	0.085
Li	µg/g	44.7	1.4	7.2	4.2
perte au feu ^e	%	4.31	0.08	0.33	0.22
Lu ^b	µg/g	0.196	0.007	0.012	0.013
Mn no AD2,3 ^f	µg/g	1141	21	88	37
Nb	µg/g	5.26	0.22	0.36	0.29
Pb ^g	µg/g	9.2	0.9	2.1	1.2
Pr ^b	µg/g	2.220	0.035	0.082	0.087
Rb no AD2 ^{b, h}	µg/g	2.53	0.07	0.14	0.13
S AD ⁱ	%	3.03	0.08	0.33	0.24
Sb	µg/g	1.55	0.09	0.50	0.32
Sn	µg/g	1.91	0.38	0.63	0.50
Ta AD ^{b, i}	µg/g	0.355	0.032	0.054	0.058
Te	µg/g	1.19	0.11	0.28	0.23
Tm	µg/g	0.192	0.006	0.016	0.014
U T ^{b, j}	µg/g	0.65	0.033	0.072	0.068
Yb	µg/g	1.220	0.041	0.096	0.082

- a Les données répondent aux conditions nécessaires à la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque l'écart type intra-laboratoire obtenu est de 20% par rapport à la moyenne*
- b L'analyse statistique des résultats justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ou 7 ensembles de données*
- c Les ensembles obtenus par digestion avec quatre acides, habituellement l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique sont inclus uniquement, basé sur des tests statistiques*
- d Les données répondent aux conditions nécessaires à la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque 33% de données sont considérées comme des valeurs aberrantes*
- e Les échantillons de 0.5 à 2 g séchés entre 950 à 1000°C pour une période de temps de 30 min à 12 heures sont inclus*
- f Les ensembles obtenus par la digestion avec deux ou trois acides, habituellement l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, et avec ou sans l'acide fluorhydrique sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques*
- g Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque l'écart type inter-laboratoires obtenu est de 22% par rapport à la moyenne*
- h Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques*

suite

i Les données obtenues par les méthodes de digestion avec les acides sont incluses uniquement basée sur des tests statistiques

j Les ensembles obtenus par des méthodes de recouvrement total telles que différentes fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique sont inclus uniquement; les ensembles obtenus par digestion avec les acides sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur des tests statistiques

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le WMG-1a (semi-quantitatif seulement)

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Al AD2 ^a	%	3.3	4 / 20	Mn AD2 ^a	µg/g	350	5 / 25
Be	µg/g	0.4	4 / 20	humidité ^e	%	0.2	6 / 25
C	%	0.13	4 / 20	Na AD2 ^a	%	0.02	4 / 18
Ca AD2 ^a	%	2	5 / 20	Rh FA ^f	µg/g	0.015	4 / 20
Cd AD2 ^a	µg/g	0.6	5 / 25	Ru FAN ^g	µg/g	0.02	3 / 15
Cr AD2 ^a	µg/g	360	5 / 25	Sc AD2 ^a	µg/g	2	3 / 15
Cs	µg/g	0.46	5 / 20	Sr AD2 ^a	µg/g	19	6 / 30
Fe AD2 ^a	%	9.5	4 / 20	Tb AD4 + FUS ^h	µg/g	0.40	5 / 25
Ge	µg/g	1	4 / 20	Ti AD2 ^a	%	0.2	5 / 25
Hf AD4 ^b	µg/g	1.1	3 / 15	TI	µg/g	0.1	3 / 15
Hf T ^c	µg/g	1.4	4 / 20	U AD ⁱ	µg/g	0.44	7 / 35
Ho	µg/g	0.48	7 / 35	V AD2 ^a	µg/g	54	5 / 25
In no AD2 ^d	µg/g	0.2	4 / 18	W no AD2 ^d	µg/g	0.6	4 / 20
Ir	µg/g	0.027	5 / 25	Y AD2 ^a	µg/g	3.4	4 / 20
K AD2 ^a	%	0.02	4 / 20	Zr AD2 ^a	µg/g	7	5 / 25
La AD2 ^a	µg/g	3.7	3 / 15	Zr FUS ^j	µg/g	50	5 / 25
Mg AD2 ^a	%	3.5	5 / 25				

a Les ensembles obtenus par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique sont inclus uniquement

b Les ensembles obtenus par digestion avec quatre acides sont inclus uniquement

c Les ensembles obtenus par des méthodes de recouvrement total telles que différentes fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique sont inclus uniquement

suite

- d Les données suggèrent que les digestions avec deux acides peuvent avoir une récupération moindre que celle obtenue par les autres méthodes*
- e Les échantillons de 1 à 5 g séchés à 105°C pour une période variant de 3 minutes à 12 heures sont inclus*
- f Les ensembles par pyroanalyse avec collecte par le plomb ou par le sulfure de nickel sont inclus uniquement*
- g Les ensembles par pyroanalyse avec collecte par le sulfure de nickel sont inclus uniquement*
- h Les ensembles obtenues par digestion avec quatre acides et les méthodes de fusions sont inclus uniquement*
- i Les ensembles par digestion sont inclus uniquement*
- j Les ensembles obtenues par les méthodes de fusions sont inclus uniquement*

SOURCE

Le WMG-1a est un gabbro minéralisé avec de l'or et d'éléments du groupe du platine qui provient de Wellgreen property au Yukon, Canada. La matière brute a été fournie par Northern Platinum Limited. Elle provient de la même source que le matériau précédent, WMG-1.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont l'altaïte (0.03%), l'amphibole (38.9%), l'apatite (0.4%), la chalcopirite (2.0%), le clinocllore (10.0%), le diopside (38.6%), l'ilménite (0.1%), la magnétite (0.4%), l'orthoclase (0.6%), l'otherite (0.1%), la pentlandite (0.5%), la pyrrhotite (6.9%) and la titanite (1.6%).

UTILISATION PRÉVUE

Le WMG-1a peut être utilisé pour déterminer les teneurs de l'or, du palladium et du platine, et des éléments majeurs, mineurs et de traces dans les minerais. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes. On conseille de prendre les précautions pour l'emploi de WMG-1a pour le contrôle de la qualité pour l'or.

MODE D'EMPLOI

Le WMG-1a 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. La récupération de la fraction inférieure à 75µm est de soixante-onze pourcent. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 350 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

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 pyroanalyse avec récupération au plomb a été réalisée sur des échantillons de 15 g, suivie du dosage de l'or, le palladium et le platine par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Un deuxième groupe de 15

bouteilles a été choisi selon la méthode d'échantillonnage aléatoire. Par la suite, chacune des bouteilles de ce groupe a été divisée en huit sous-échantillons et seulement trois d'entre eux ont été utilisés pour la caractérisation chimique. Une masse de 0,25 g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant quatre acides soient les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique et analysée pour l'aluminium, le cobalt, le cuivre et le nickel par 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.

Les résultats indiquent que le WMG-1a est suffisamment homogène pour être utilisé comme matériau de référence certifié.

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 pour déterminer l'or, le palladium et le platine sont la pyroanalyse avec récupération avec collecte par le sulfure de nickel ou par le plomb, suivie de 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 et l'analyse instrumentale par activation neutronique.

Les méthodes utilisées pour les autres éléments sont la digestion par différents acides, la digestion micro-onde, les différents types des fusions, suivies par la détermination par 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. Les différents fusions suivies d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x, et d'une analyse instrumentale par activation neutronique ont été utilisées pour déterminer le niveau de plusieurs autres éléments. La spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures a été utilisée pour déterminer l'antimoine, l'arsenic, le sélénium et le tellure.

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 trente-trois éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). Basée sur des tests statistiques, la valeur de plusieurs éléments certifiés n'inclue pas les digestions avec 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

Vingt-quatre 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 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce dernier groupe inclut (i) le bismuth par toutes les méthodes et le cadmium par la digestion avec quatre acides; (ii) l'erbium, le gadolinium, le lutétium, le praséodyme et le rubidium par toutes les méthodes sauf celle par digestion avec deux acides (iii) le tantale par la digestion avec acides seulement et (iv) l'uranium par les méthodes de recouvrement total qui incluent les fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique. Les valeurs informatives de 33 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

WMG-1a a été offert comme un nouveau matériau en février 2011. En juin 2011 un nouveau certificat a été émis avec les unités pour le titane dans les tableaux corrigés 1 et 3 de µg/g à %.

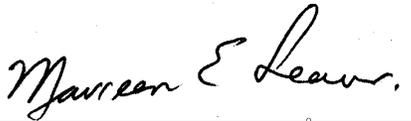
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 28 janvier, 2033. 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