



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



**PCMRC**  
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

# Certificat d'analyse

Première édition : août 2013

Version : août 2013

## HV-2a

Matériau de référence certifié : un minerai de cuivre – molybdène

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le HV-2a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	1,448	0,089	0,089	0,048
Al (no AD2) <sup>a</sup>	%	7,96	0,10	0,20	0,11
As	µg/g	12,1	0,8	1,7	1,2
Ba (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	869	15	29	15
Ca (no AD2) <sup>a</sup>	%	1,891	0,035	0,080	0,037
Ce <sup>b</sup>	µg/g	19,1	0,6	1,3	0,8
Co	µg/g	3,40	0,10	0,44	0,27
Cr	µg/g	100	4	11	8
Cs (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	2,70	0,09	0,16	0,10
Cu	%	0,3808	0,0057	0,0076	0,0032
Dy <sup>c</sup>	µg/g	1,126	0,053	0,085	0,063
Er <sup>c</sup>	µg/g	0,646	0,039	0,055	0,039
Fe (no AD2) <sup>a</sup>	%	2,044	0,036	0,095	0,041
Ga (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	19,56	0,45	0,80	0,48
Gd <sup>b</sup>	µg/g	1,40	0,09	0,11	0,08
K (no AD2) <sup>a</sup>	%	2,31	0,03	0,10	0,06
La	µg/g	9,1	0,5	1,4	0,7
Mg (no AD2) <sup>a</sup>	%	0,329	0,008	0,030	0,015
Mn <sup>b</sup>	µg/g	545	12	29	15
Mo	µg/g	125,4	2,5	6,2	3,1

*suite*

**Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le HV-2a *suite***

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Na <sup>c</sup>	%	2,335	0,036	0,066	0,037
Nd <sup>b, e</sup>	µg/g	8,77	0,40	0,57	0,43
Ni	µg/g	6,47	0,32	0,55	0,33
P	%	0,0427	0,0025	0,0038	0,0023
Pb	µg/g	6,9	0,5	1,2	0,6
Rb (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	48,3	1,0	2,8	1,7
S	%	0,344	0,008	0,034	0,013
Sb (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	0,689	0,058	0,085	0,064
Si <sup>d</sup>	%	31,34	0,23	0,59	0,40
Sm <sup>c</sup>	µg/g	1,69	0,13	0,13	0,09
Sr (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	472	9	19	9
Th	µg/g	1,28	0,09	0,13	0,07
Ti (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	0,128	0,004	0,017	0,010
U	µg/g	1,08	0,09	0,12	0,07
Zn (no AD2) <sup>a</sup>	µg/g	56,5	2,3	3,9	2,2

*a Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (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 la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) avec un micro-onde sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*

*c Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique), la digestion avec un micro-onde avec 3 acides et plusieurs fusions ont été employées par les laboratoires*

*d Tous les ensembles employés dans les calculs ont été provenus des plusieurs types de fusions sauf une exception*

*e Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides et plusieurs fusions sont inclus uniquement, basées sur les tests statistiques*

**Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le HV-2a**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Be (no AD2) <sup>a, b</sup>	µg/g	1,02	0,04	0,13	0,14
Bi	µg/g	1,58	0,11	0,19	0,15
Eu <sup>c</sup>	µg/g	0,502	0,029	0,046	0,037
Perte au feu <sup>d</sup>	%	3,01	0,05	0,29	0,21
Lu (AD4, FUS) <sup>e</sup>	µg/g	0,109	0,008	0,019	0,015
Pr <sup>c</sup>	µg/g	2,32	0,077	0,083	0,075
V (no AD2) <sup>b</sup>	µg/g	52,2	1,2	4,7	2,5
W (no AD2) <sup>b</sup>	µg/g	7,89	0,52	0,52	0,46
Y	µg/g	5,96	0,13	0,81	0,45
Yb <sup>f, g</sup>	µg/g	0,680	0,047	0,069	0,048
Zr (FUS) <sup>a, h</sup>	µg/g	65,8	5,0	5,0	4,9

- a L'analyse statistique des données justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ensembles de données*
- b Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*
- c Les méthodes qui n'emploient pas de la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) et plusieurs types de fusions sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*
- d Les échantillons de 1 à 10 g ont été séchés pour une période de temps de 0,5 à 2 heures entre 950 à 1050°C*
- e Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides et plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires*
- f Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides, la digestion avec un micro-onde avec 3 acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) et plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires*
- g Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque un montant notable de données a un chiffre significatif*
- h Les méthodes qui emploient plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires uniquement*

**Tableau 3 – Valeurs informatives pour le HV-2a (semi-quantitatif seulement)**

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
C	%	0,4	3 / 15	Sc	µg/g	3	7 / 35
Cd	µg/g	0,2	5 / 25	Se	µg/g	0,7	4 / 20
Hf (FUS) <sup>a</sup>	µg/g	2	4 / 20	Sn	µg/g	1,2	6 / 30
Ho (FUS) <sup>a</sup>	µg/g	0,2	5 / 25	Ta <sup>f</sup>	µg/g	0,2	6 / 30
Fe (AD2) <sup>b</sup>	%	1,6	3 / 15	Tb <sup>g</sup>	µg/g	0,19	5 / 25
Li (no AD2) <sup>c</sup>	µg/g	11	5 / 25	Tl	µg/g	0,1	4 / 20
humidité <sup>d</sup>	%	0,3	6 / 28	Tm <sup>a</sup>	µg/g	0,10	5 / 25
Nb	µg/g	2	7 / 35	Zn (AD2) <sup>b</sup>	µg/g	40	3 / 15
Re <sup>e</sup>	µg/g	0,1	3 / 15				

- a Les méthodes qui emploient plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires uniquement*
- b Les méthodes qui emploient la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) ont été employées par les laboratoires uniquement*
- c Tous les ensembles employés dans les calculs ont inclus la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) et la digestion avec un micro-onde avec 3 acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique)*
- d Les échantillons de 1 à 10 g ont été séchés pour une période de 0,5 – 12 heures à 100 - 105°C,*
- e Les méthodes qui emploient la digestion avec acides ont été employées par les laboratoires*
- f Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides et la fusion avec le métaborate de lithium ont été employées par les laboratoires*
- g Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides et plusieurs fusions ont été employées par les laboratoires*

#### **SOURCE**

Le HV-2a est un minerai de cuivre – molybdène qui a été donnée par Teck Highland Valley Copper Partnership en Colombie Britannique. Ceci est la même source que les matériaux précédents, le HV-2 et HV-1.

#### **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont le quartz (38,0%), l'albite (35,2%), la muscovite (17,5%), la calcite (2,1%), l'épidote (1,5%), la kaolinite (1,3%), autres silicates en petites quantités (1,2%), la magnétite (1,0%), la chalcopryrite (0,5%), la bornite (0,4%), l'ankérite and l'apatite (chacun à 0,3%), la diopside, la sidérite and la titanite (chacun à 0,2%), la pyrite (0,1%) and l'hypersthène (0.03%).

#### **UTILISATION PRÉVUE**

Le HV-2a peut être utilisé pour déterminer les teneurs du cuivre, du molybdène et des autres éléments dans les minerais aux niveaux de concentration majeure, mineure et de traces. Il peut être utilisé entre autres pour le contrôle de la qualité, et pour l'élaboration de méthodes.

## **MODE D'EMPLOI**

Le HV-2a doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. 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 broyée et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm était de 73%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 200 g. C'est le seul poids disponible.

## **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 0,25 g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant quatre acides soient les acides chlorhydrique, nitrique, fluorhydrique et perchlorique. La spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage du cuivre. La spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence a été employée pour le dosage du molybdène. 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)<sup>1</sup> a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée pour le cuivre et le molybdène.

## **VALEURS CERTIFIÉES**

Vingt-huit 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 l'analyse des éléments ont inclus la digestion par des divers combinaison des acides avec un plaque chauffante ou un micro-onde; et des différents types de 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. La préparation d'une pastille de poudre compacte ou une perle de fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x a été utilisée pour la dosage de plusieurs autres éléments.

Le dosage du carbone a été réalisé par la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Le dosage du soufre a été réalisé par des digestions avec les acides et des fusions suivi par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, et spectrométrie de fluorescence de rayons x. Aussi la technique de combustion couplée à la détection infrarouge et la gravimétrie ont été employées.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur acceptée ainsi que d'autres paramètres statistiques du programme de mesures 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. Les valeurs moyennes pour trente-cinq éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). La valeur de plusieurs éléments certifiés n'inclue pas les digestions avec deux acides basée sur des tests statistiques.

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](http://www.pcmrc.ca).

### **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Onze 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 ou 7 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce dernier groupe inclut le béryllium analysé par plusieurs méthodes sauf par digestion avec deux acides, et le zirconium par différents types des fusions. Les valeurs informatives de 17 analytes 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**

HV-2a a été offert comme un nouveau matériau en août 2013.

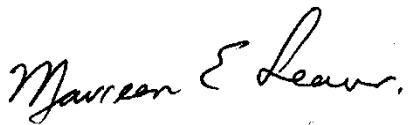
### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 août 2034.

### **AVIS JURIDIQUE**

CanmetMINES 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 CanmetMINES 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**  
**CanmetMINES (RNCan)**  
**555, rue Booth, pièce 433**  
**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. Brownlee, K.A., Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering; John-Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.