



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



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

# Certificat d'analyse

Première édition : novembre 2012

Version : novembre 2012

## MP-2a

Matériau de référence certifié : un minerai de tungstène – molybdène

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le MP-2a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	4,82	0,16	0,45	0,21
Al no AD <sup>a</sup>	%	5,99	0,09	0,18	0,11
Ba	µg/g	12,3	1,1	1,6	1,0
Be no AD2 <sup>b</sup>	µg/g	1,25	0,04	0,15	0,11
Bi	µg/g	989	21	56	23
Ca	%	3,22	0,07	0,24	0,10
Cd	µg/g	14,5	0,4	1,5	0,7
Ce <sup>c</sup>	µg/g	357	7	16	9
Co	µg/g	5,50	0,25	0,37	0,18
Cr	µg/g	150	6	18	8
Cs <sup>c</sup>	µg/g	5,78	0,15	0,25	0,17
Cu	µg/g	459	9	24	9
Dy <sup>d</sup>	µg/g	32,5	0,7	1,8	1,0
Fe	%	5,00	0,08	0,22	0,08
Gd <sup>d</sup>	µg/g	24,8	0,5	1,8	0,9
Hf <sup>c</sup>	µg/g	9,40	0,25	0,44	0,29
La <sup>b</sup>	µg/g	157	4	10	5
Li <sup>e</sup>	µg/g	81	3	11	7
Lu <sup>c</sup>	µg/g	4,36	0,12	0,31	0,17
Mg	µg/g	923	41	77	37

*suite*

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Mn	%	0,1018	0,0024	0,0067	0,0028
Mo	%	0,1586	0,0033	0,0075	0,0031
Nb <sup>f</sup>	µg/g	97	3	10	6
Nd <sup>c</sup>	µg/g	117,9	2,5	5,7	2,8
Pb	%	0,277	0,004	0,016	0,006
Pr <sup>d</sup>	µg/g	38,5	0,9	2,7	1,4
Rb <sup>g</sup>	µg/g	229	5	17	9
S	%	0,716	0,022	0,049	0,022
Sc <sup>h</sup>	µg/g	4,87	0,26	0,53	0,37
Si <sup>i</sup>	%	31,2	0,4	1,2	0,7
Sm <sup>c</sup>	µg/g	26,7	0,6	1,5	0,9
Sn <sup>i</sup>	µg/g	537	11	24	18
Sr	µg/g	12,3	0,4	1,0	0,5
Ta <sup>j</sup>	µg/g	11,6	0,4	1,5	0,9
Tb <sup>c</sup>	µg/g	4,82	0,10	0,34	0,17
Th <sup>c</sup>	µg/g	61,3	1,2	4,5	2,3
Ti	µg/g	268	15	34	22
Tm <sup>k</sup>	µg/g	4,10	0,08	0,19	0,12
U <sup>l</sup>	µg/g	37,0	1,0	2,2	1,0
W <sup>m</sup>	%	0,338	0,011	0,018	0,010
Yb <sup>n</sup>	µg/g	28,8	0,6	1,5	0,8
Zn	%	0,566	0,009	0,032	0,012
Zr	µg/g	134	4	11	6

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

*b Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides, 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, plusieurs fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été employées par les laboratoires*

*d Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides ou plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires*

*e Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides ou la fusion avec pyrosulfate de sodium ont été employées par les laboratoires*

*f Les méthodes qui emploient la digestion avec l'acide perchlorique, par la digestion avec quatre acides dans un vaisseau fermé, plusieurs types de fusions et la préparation d'une pastille de poudre compacte suivies d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x ont été employées par les laboratoires*

*suite*

- g** Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides, plusieurs types de fusions, l'analyse instrumentale par activation neutronique et la préparation d'une pastille de poudre compacte suivies d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x ont été employées par les laboratoires
- h** Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides, la fusion avec métaborate de lithium et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été employées par les laboratoires
- i** Les méthodes qui emploient plusieurs types de fusions, la préparation d'une pastille de poudre compacte suivies d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x ont été employées par les laboratoires
- j** Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides dans un vaisseau fermé, plusieurs types de fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été employées par les laboratoires
- k** Les ensembles obtenus par la digestion avec quatre acides dans un vaisseau fermé et plusieurs types de fusions sont inclus uniquement, basées sur les tests statistiques
- l** Le seul ensemble obtenu par la digestion avec deux acides est considéré comme un valeur aberrantes basées sur les tests statistiques et aucun ensemble n'était reçu par digestion avec trois acides
- m** La majorité d'ensembles obtenue par la digestion avec des acides est considérée comme un valeur aberrantes basées sur les tests statistiques
- n** Les ensembles obtenus par la digestion avec quatre acides sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
As	%	0,558	0,010	0,039	0,016
Er <sup>a</sup>	µg/g	22,8	0,4	1,9	1,0
Eu <sup>a</sup>	µg/g	0,1050	0,0070	0,0099	0,0081
Ga <sup>a</sup>	µg/g	26,2	0,6	3,0	1,7
Ho <sup>a</sup>	µg/g	7,04	0,11	0,65	0,35
In <sup>b</sup>	µg/g	12,09	0,20	0,37	0,40
K	%	1,226	0,015	0,070	0,036
Ni <sup>c</sup>	µg/g	9,8	0,8	3,1	1,6
Sb <sup>d</sup>	µg/g	7,84	0,51	0,88	0,47
Te	µg/g	5,75	0,43	0,43	0,39
Tl	µg/g	3,16	0,08	0,76	0,49
Y <sup>e</sup>	µg/g	229	4	16	8

- a** Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) et plusieurs types de fusions ont été employées par les laboratoires
- b** L'analyse statistique des données justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ensembles de données

suite

- c** 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 20% par rapport à la moyenne. Aussi un montant notable de données a un chiffre significatif
- d** 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
- e** Les méthodes qui emploient la digestion avec quatre acides et plusieurs types de fusions sont inclus uniquement basées sur les tests statistiques

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

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées
Al AD3a + AD4 <sup>a</sup>	%	3,7	4 / 20
Au <sup>b</sup>	µg/g	0,06	4 / 20
C	%	0,04	7 / 35
Ge	µg/g	8	6 / 30
perte au feu <sup>c</sup>	%	4	5 / 25
humidité <sup>d</sup>	%	0,1 – 0,5	10 / 45
Na	%	0,03	7 / 35
P	µg/g	90	9 / 45

- a** Les ensembles obtenus par la digestion avec trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) ou quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique) sont inclus uniquement
- b** Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique), l'analyse instrumentale par activation neutronique et le pyroanalyse sont inclus
- c** Seulement 5 laboratoires ont offert des données et seulement un a donné des détails : 1 g séchés pour 1 heure à 1000°C
- d** Les échantillons de 1 à 10 g ont été séchés pour une période de 1 ou plus heures à 105°C. Un intervalle est donnée à cause de la manque de concordance des données

#### **SOURCE**

Le MP-2a est un minerai de tungstène – molybdène qui provient de Mount Pleasant au Nouveau Brunswick, Canada. La matière brute pour MP-2a a été donnée par Adex Minerals Corp. et a été obtenue de la même source que le matériau précédent, le MP-2.

#### **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont le quartz (64,9%), le topaze (6,3%), le clinocllore (5,1%), la fluorite (5,1%), la muscovite (5,1%), l'almandine (3,3%), l'orthoclase (3,0%), le plagioclase (1,9%), la sphalérite (0,8%), la wolframite (0,8%), l'arsénopyrite (0,7%), des autres espèces (0,6%), l'epidote (0,5%), un alliage du fer (0,3%), la pyrite (0,3%), la galène (0,3%), la calcite (0,2%), la loellingite (0,2%), la magnétite (0,2%), la molybdénite (0,2%), la monazite (0,1%), le bismuth (0,07%), la cassitérite (0,05%), la chalcopryrite (0,04%), l'euxénite (0,04%), le rutile (0,03%), le zircon (0,03%) and la keiviite (0,02%).

## **UTILISATION PRÉVUE**

Le MP-2a peut être utilisé pour déterminer les teneurs du tungstène, molybdène, bismuth, des éléments des terres rares, et des autres éléments dans les minerais aux niveaux de majeurs, mineurs 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 MP-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 concassée, broyée et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm était de 81%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 200 g. C'est la taille qui est disponible seulement.

## **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 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 le bismuth, le cuivre et le molybdène par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence; et analysée pour l'argent par spectrométrie de masse 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)<sup>1</sup> a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments. Aucune variation significative entre les bouteilles n'a été observée pour l'argent, le bismuth, le cuivre et le molybdène.

## **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 l'analyse des éléments ont inclus la digestion par l'acide perchlorique, des diverses combinaisons des acides avec un plaque chauffante ou un micro-onde; et des 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. La préparation d'une pastille de poudre compacte suivies d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x, et l'analyse instrumentale par activation neutronique ont été utilisées pour l'analyse 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 suivies 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, ainsi que la technique de combustion couplée à la détection infrarouge.

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 quarante-trois éléments ont été certifiées (voir le tableau 1). La valeur de plusieurs éléments certifiés n'inclue pas les digestions avec deux, trois ou/et quatre acides, parce que les laboratoires n'ont pas employé ces types de préparations ou, 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**

Douze 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 l'indium. Les valeurs informatives de 8 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**

MP-2a a été offert comme un nouveau matériau en novembre 2012.

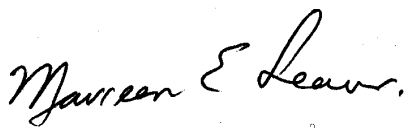
### **PÉRIODE DE VALIDITÉ**

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 novembre 2033.

### **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- Coordinatrice, 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.