



**CCRMP**  
Canadian Certified Reference Materials Project



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

# Certificat d'analyse

Première édition : avril 2012

Version : avril 2012

## WPR-1a

**Matériau de référence certifié : péridotite avec des éléments des terres rares et du groupe du platine**

**Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le WPR-1a**

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	1,02	0,05	0,10	0,05
Al AD4 + non AD <sup>a</sup>	%	2,621	0,043	0,076	0,035
As	µg/g	9,3	0,7	1,1	0,6
Ba AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	70,6	2,3	2,4	1,4
Bi	µg/g	0,122	0,006	0,011	0,008
Ca non AD2 <sup>b</sup>	%	2,528	0,046	0,096	0,044
Cd	µg/g	0,598	0,037	0,086	0,044
Ce non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	9,69	0,32	0,57	0,33
Co AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	213	4	17	8
Cs	µg/g	2,38	0,08	0,15	0,08
Cu	%	0,299	0,005	0,016	0,006
Dy non AD2 <sup>c</sup>	µg/g	1,624	0,056	0,056	0,035
Er AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	0,886	0,037	0,037	0,016
Eu AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	0,497	0,017	0,020	0,013
Fe AD4 + non AD <sup>a</sup>	%	11,34	0,20	0,49	0,20
Ga non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	7,04	0,24	0,28	0,18
Gd non AD2 <sup>c</sup>	µg/g	1,76	0,05	0,10	0,06
Hf FUS <sup>d</sup>	µg/g	1,142	0,071	0,094	0,071
Ho AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	0,322	0,009	0,019	0,013
K	%	0,156	0,006	0,011	0,005

*suite*

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

Élément	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
La AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	4,04	0,15	0,24	0,13
Li AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	25,6	0,8	1,1	0,8
Lu non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	0,121	0,006	0,010	0,007
Mn non AD2 <sup>b</sup>	%	0,138	0,003	0,012	0,005
Nd non AD2 <sup>c</sup>	µg/g	6,26	0,20	0,20	0,10
Ni AD4 + non AD <sup>a</sup>	%	0,439	0,009	0,022	0,010
P non AD2 <sup>c</sup>	µg/g	303	19	19	9
Pb	µg/g	7,92	0,89	0,89	0,32
Pd	µg/g	0,614	0,015	0,025	0,012
Pr non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	1,362	0,050	0,054	0,035
Pt	µg/g	0,452	0,014	0,030	0,014
Rb	µg/g	7,06	0,16	0,44	0,24
S <sup>e</sup>	%	1,768	0,033	0,079	0,038
Sb non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	3,13	0,21	0,39	0,27
Sc AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	17,3	0,4	1,2	0,6
Si non AD2 <sup>f</sup>	%	17,62	0,17	0,34	0,18
Sm non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	1,617	0,050	0,071	0,041
Sr AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	19,5	0,6	1,1	0,6
Tb non AD2 <sup>c</sup>	µg/g	0,269	0,010	0,020	0,013
Ti AD4 + non AD <sup>a</sup>	%	0,3527	0,0054	0,0082	0,0042
Tm AD4 + non AD <sup>g</sup>	µg/g	0,126	0,006	0,017	0,012
V AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	135	3	10	5
Y AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	8,39	0,23	0,43	0,26
Yb AD4 + non AD <sup>a</sup>	µg/g	0,790	0,027	0,052	0,034
Zn non AD2 <sup>b</sup>	µg/g	160	5	18	8

**a** Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) 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 (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 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, et aucun ensemble n'était reçu par digestion avec trois acides

**d** Les ensembles obtenues par les méthodes de fusions avec le métaborate de lithium et le pyrosulphate de sodium sont inclus uniquement, basées sur les tests statistiques

**e** Les ensembles obtenues par la digestion avec les acides, la digestion micro-onde, la technique de combustion couplée à la détection infrarouge, les fusions, et les perles de fusion sont inclus

**f** Les données ont inclus les ensembles par diverses fusions et un ensemble par digestion avec trois acides

**g** Aucun ensemble n'était reçu par digestion avec deux ou trois acides

**Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le WPR-1a**

Analyte	Unités	Moyenne	Écart type intra-laboratoire	Écart type inter-laboratoires	Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 %
Cr non AD <sup>a</sup>	%	0.322	0.006	0.025	0.012
In AD <sup>b, c</sup>	µg/g	0,0899	0,0041	0,0041	0,0041
perte au feu <sup>d</sup>	%	8,42	0,09	0,46	0,26
Mg AD4 + non AD <sup>e</sup>	%	15,22	0,07	0,29	0,18
Na <sup>f</sup>	%	0,050	0,004	0,012	0,006
Nb non AD2 <sup>g</sup>	µg/g	3,88	0,18	0,39	0,30
Ni AD2+AD3 <sup>h</sup>	%	0,385	0,007	0,051	0,037
Se non AD2 <sup>g</sup>	µg/g	7,7	0,4	1,0	0,8
Sn non AD2 <sup>c, g</sup>	µg/g	1,16	0,17	0,17	0,08
Ta <sup>i</sup>	µg/g	0,242	0,015	0,018	0,015
Te non AD2 <sup>g</sup>	µg/g	0,958	0,058	0,075	0,066
Th non AD2 <sup>g, j</sup>	µg/g	0,64	0,05	0,15	0,09
Tl AD <sup>k</sup>	µg/g	0,0752	0,0048	0,0063	0,0042
Zr FUS <sup>l</sup>	µg/g	41,8	2,1	2,8	2,4

- a Les ensembles obtenus par n'importe quel digestion avec deux, trois ou 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 divers combinaisons d'acides sont inclus uniquement basées sur les tests statistiques*
- c L'analyse statistique des données justifie une classification provisoire, malgré qu'il n'y ait seulement que 6 ou 7 ensembles de données*
- d Les échantillons de 0.5 à 1 g séchés pour une période de temps de 0.5 à 2 heures entre 950 à 105°C sont inclus uniquement*
- e Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) sont exclus puisque les données sont considérées comme des valeurs aberrantes basées sur les tests statistiques*
- f 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 25% par rapport à la moyenne*
- g 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*
- h Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) sont inclus uniquement basées sur les tests statistiques*
- i Aucun ensemble n'était reçu par digestion avec deux acides*
- j 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 23% par rapport à la moyenne, et trois ensembles ont un chiffre significatif*
- k Les ensembles obtenus par les diverses méthodes avec des acides étaient reçus uniquement, sauf les aberrants liés aux chiffres significatifs. Les données répondent aux conditions pour la certification. Par contre, l'élément a été reclassifié à titre provisoire puisque toutes les données acceptées ont un chiffre significatif*

suite

*l Les ensembles obtenues par les méthodes de fusions avec le métaborate de lithium et le pyrosulphate de sodium sont inclus uniquement, basées sur les tests statistiques*

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

Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles /valeurs acceptées	Analyte	Unités	Moyenne	Nombre d'ensembles/ valeurs acceptées
Al AD2 + AD3 <sup>a</sup>	%	2,3	4 / 20	Mo AD3 + AD4 <sup>f</sup>	µg/g	1,1	6 / 30
Au <sup>b</sup>	µg/g	0,05	17 / 85	Mo FUS <sup>g</sup>	µg/g	2	3 / 15
Ba AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	50	5 / 25	humidité <sup>h</sup>	%	0,6	6 / 30
Be AD4 <sup>c</sup>	µg/g	0,2	6 / 30	P AD2 <sup>d</sup>	%	0,03	4 / 20
C	%	0,15	5 / 25	Re <sup>i</sup>	µg/g	0,022	5 / 25
Ca AD2 <sup>d</sup>	%	0,7	4 / 20	Rh <sup>j</sup>	µg/g	0,03	5 / 24
Ce AD2 <sup>d</sup>	µg/g	6	3 / 15	Ru <sup>k</sup>	µg/g	0,06	5 / 24
Co AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	190	7 / 35	Sc AD2 <sup>d</sup>	µg/g	8	3 / 15
Cr AD2 <sup>d</sup>	%	0,08	4 / 20	Se AD2 <sup>d</sup>	µg/g	6	4 / 20
Cr AD4 <sup>c</sup>	%	0,2	4 / 20	Sn AD2 <sup>d</sup>	µg/g	0,7	3 / 15
Fe AD2 <sup>d</sup>	%	9	4 / 20	Sr AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	16	5 / 25
Ga AD2 <sup>d</sup>	µg/g	5	4 / 20	Th AD2 <sup>d</sup>	µg/g	0,3	3 / 15
Ge AD2 <sup>d</sup>	µg/g	0,3	3 / 15	U AD2 <sup>d</sup>	µg/g	0,1	3 / 15
Ge AD4 + FUS <sup>e</sup>	µg/g	1	5 / 25	U AD4 <sup>c</sup>	µg/g	0,2	4 / 20
Hg	µg/g	0,05	3 / 15	U FUS <sup>g</sup>	µg/g	0,3	5 / 25
Ir	µg/g	0,02	7 / 34	V AD2 <sup>d</sup>	µg/g	70	3 / 15
La AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	2,8	4 / 20	W AD4 <sup>c</sup>	µg/g	0,4	3 / 15
Li AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	20	5 / 25	Y AD2 + AD3 <sup>a</sup>	µg/g	5	4 / 16
Mg AD2 + AD3 <sup>a</sup>	%	13	4 / 20	Zn AD2 <sup>d</sup>	µg/g	120	5 / 25
Mn AD2 <sup>d</sup>	%	0,1	4 / 20	Zr AD4 <sup>c</sup>	µg/g	20	5 / 25
Mo AD2 <sup>d</sup>	µg/g	0,9	4 / 20				

*a Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) et trois acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique et l'acide fluorhydrique) sont inclus uniquement*

*b Les ensembles obtenus avec un échantillon de 10 grams ou moins étaient exclus selon les conclusions de la vérification de l'homogénéité*

*c La moyenne a été calculée avec les ensembles par la digestion avec quatre acides (l'acide chlorhydrique, l'acide nitrique, l'acide perchlorique et l'acide fluorhydrique) uniquement*

*d Les ensembles obtenus par la digestion avec deux acides (l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique) sont inclus uniquement*

*e Les ensembles obtenus par la digestion avec quatre acides et diverses fusions sont inclus uniquement*

*suite*

- f Les ensembles obtenus par la digestion avec trois et quatre acides sont inclus uniquement**
- g Les ensembles obtenus par les différents types des fusions sont inclus uniquement**
- h Les échantillons de 1 à 2 g séchés pour une période de 1 ou plus heures à 105 – 120 °C sont inclus uniquement**
- i Les ensembles obtenus par la digestion sont inclus uniquement**
- j Les ensembles obtenus par le pyroanalyse sont inclus uniquement**
- k Les ensembles obtenus par le pyroanalyse avec récupération par le sulfure de nickel sont inclus uniquement**

## **SOURCE**

Le WPR-1a est un péridotite avec des éléments des terres rares et du groupe du platine qui provient de Wellgreen property au Yukon, Canada. La matière brute pour WPR-1a a été obtenue de la même source que le matériau précédent, le WPR-1.

## **DESCRIPTION**

Les espèces minérales présentes sont le serpentinite (47,4%), le talc (11,0%), le diopside (9,8%), l'amphibole (8,7%), la pyrrhotite (4,9%), la magnétite (4,5%), le ferrohornblende (3,5%), la phlogopite (2,2%), le chlorite (1,6%), la pentlandite (1,4%), un minéral sans nom : Fe-Cr-Cl (1,2%), la calcite (0,9%), l'ilménite (0,8%), la chalcopirite (0,7%), des autres (0,4%), la pyrite (0,3%), le wilkeite (0,3%), le quartz (0,2%), la titanite (0,2%), l'anorthite (0,1%) et l'albite (0,04%).

## **UTILISATION PRÉVUE**

Le WPR-1a peut être utilisé pour déterminer les teneurs des éléments des terres rares et du groupe 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 WPR-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. 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 concassée, broyée et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75 µm est de 71%. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 400 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 pyroanalyse avec récupération au plomb a été réalisée sur des échantillons de 10 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 et le cuivre 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.

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'aluminium, le cobalt, le cuivre, le palladium et le platine. L'or est soupçonné d'avoir un effet de pépite, et puis n'a pas été 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, la spectrométrie d'absorption au four graphite 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 digestions avec les acides, et la combustion suivi par la spectrométrie d'absorption atomique de la vapeur froide et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ont été utilisée pour l'analyse du mercure. Le dosage du soufre a été réalisé par la digestion avec les acides, la digestion micro-onde, les fusions suivis par l'analyses gravimétriques, la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence et la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, et aussi la technique de combustion couplée à la détection infrarouge. Le dosage du carbone a été réalisé par la dernière méthode uniquement.

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-cinq 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 et/ou trois 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](http://www.pcmrc.ca).

### **VALEURS NON CERTIFIÉES**

Quatorze 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 obtenus par la digestion avec l'acide uniquement, et l'étain par tous le méthodes sauf la digestion avec deux acides. Les valeurs informatives de 41 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

WPR-1a a été offert comme un nouveau matériau en avril 2012.

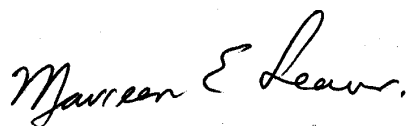
## PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 31 mars 2033. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les cinq 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](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.