

CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project



PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Certificat d'analyse

Première édition : septembre 2010

Version : septembre 2010

GTS-2a

Matériau de référence certifié : échantillon de résidus d'or

Tableau 1 – Valeurs certifiées pour le GTS-2a

| Élément | Unités | Moyenne | Écart type intra-laboratoire | Écart type inter-laboratoires | Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 % |
|--------------------------|--------|---------|------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------------|
| Al (no AD2) ^a | % | 6.96 | 0.11 | 0.22 | 0.12 |
| As | µg/g | 124 | 4 | 11 | 5 |
| Au (FA) ^b | µg/g | 0.272 | 0.009 | 0.011 | 0.005 |
| Ba (no AD2) ^a | µg/g | 186 | 8 | 14 | 7 |
| C | % | 2.011 | 0.021 | 0.063 | 0.041 |
| Ca | % | 4.01 | 0.09 | 0.14 | 0.06 |
| Co | µg/g | 22.1 | 0.8 | 1.7 | 0.7 |
| Cu | µg/g | 88.6 | 2.9 | 6.1 | 2.5 |
| Fe | % | 7.56 | 0.13 | 0.26 | 0.11 |
| K (no AD2) ^a | % | 2.021 | 0.036 | 0.064 | 0.035 |
| Mg (no AD2) ^a | % | 2.412 | 0.038 | 0.075 | 0.038 |
| Mn | µg/g | 1510 | 30 | 120 | 50 |
| Na (no AD2) ^a | % | 0.617 | 0.016 | 0.063 | 0.033 |
| Ni | µg/g | 77.1 | 2.9 | 9.1 | 3.7 |
| P | % | 0.0892 | 0.0030 | 0.0084 | 0.0036 |
| S | % | 0.348 | 0.009 | 0.028 | 0.014 |
| Si | % | 23.65 | 0.14 | 0.21 | 0.16 |
| Sr (no AD2) ^a | µg/g | 92.8 | 2.2 | 6.0 | 3.2 |
| Th (no AD2) ^a | µg/g | 1.244 | 0.125 | 0.090 | 0.076 |
| Zn | µg/g | 208 | 7 | 21 | 9 |

a Les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, sont exclues puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes

b Inclut seulement les données obtenues par pyroanalyse i.e. les données obtenues par digestion sont exclues puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes

Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le GTS-2a

| Élément | Unités | Moyenne | Écart type intra-laboratoire | Écart type inter-laboratoires | Intervalle de confiance sur la moyenne à 95 % |
|----------------------------|--------|---------|------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------------|
| Al (AD2) ^{a,b} | % | 1.80 | 0.07 | 0.12 | 0.13 |
| Be (no AD2) ^{a,c} | µg/g | 0.882 | 0.049 | 0.044 | 0.052 |
| Cd ^e | µg/g | 0.58 | 0.10 | 0.21 | 0.12 |
| Ce (no AD2) ^c | µg/g | 24.35 | 0.86 | 0.50 | 0.49 |
| Ga (no AD2) ^c | µg/g | 21.1 | 0.7 | 3.6 | 2.6 |
| Hg | µg/g | 0.220 | 0.028 | 0.047 | 0.036 |
| La (no AD2) | µg/g | 9.44 | 0.31 | 0.62 | 0.49 |
| Mg (AD2) ^{a,b} | % | 2.173 | 0.048 | 0.095 | 0.102 |
| Mo | µg/g | 3.84 | 0.27 | 0.21 | 0.21 |
| Nd (no AD2) ^{a,c} | µg/g | 16.57 | 0.56 | 0.71 | 0.79 |
| Pb | µg/g | 17.9 | 1.4 | 5.7 | 2.6 |
| Perte au feu ^f | % | 9.87 | 0.04 | 0.25 | 0.19 |
| Pr ^a | µg/g | 3.45 | 0.12 | 0.18 | 0.20 |
| Rb (no AD2) ^c | µg/g | 57.7 | 1.5 | 2.3 | 2.0 |
| Sb (no AD2) ^c | µg/g | 1.33 | 0.13 | 0.13 | 0.11 |
| Sc (no AD2) ^c | µg/g | 29.3 | 0.7 | 3.0 | 2.0 |
| Sm | µg/g | 4.58 | 0.11 | 0.44 | 0.37 |
| Sr (AD2) ^{a,b} | µg/g | 63.2 | 1.5 | 1.8 | 2.0 |
| Te | µg/g | 1.64 | 0.30 | 0.46 | 0.30 |
| Ti (FUS) ^d | µg/g | 0.500 | 0.006 | 0.013 | 0.010 |
| V (no AD2) ^c | µg/g | 166 | 6 | 30 | 17 |
| Yb (T) ^{a,g} | µg/g | 4.41 | 0.12 | 0.21 | 0.23 |
| W (no AD2) ^c | µg/g | 25.8 | 1.2 | 6.7 | 4.5 |
| Zr (no AD2) ^c | µg/g | 114 | 6 | 26 | 15 |

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

b Inclut seulement les données obtenues par la digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique

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

d Inclut seulement les données obtenues par fusion.

e Les données répondent aux conditions pour la certification. Cependant, l'élément a été reclassifié. Une valeur provisoire lui a été attribuée puisque la majorité des données avait un seul chiffre significatif

f Perte au feu pour un échantillon de 1-2 g pour une période de temps variant entre 0.25 et 3 heures à une température située entre 900 à 1050°C

g Les méthodes de recouvrement total (T) : inclues seulement la digestion avec quatre acides dans un bécher couvert d'un verre de montre, différentes fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique; les données obtenues par digestion avec les acides dans un bécher sans verre de montre sont exclues puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes de la méthode utilisée selon les modèles statistiques appliqués

Tableau 3 – Valeurs informatives pour le GTS-2a

| Analyte | Unités | Moyenne | Nombre d'ensembles /valeurs acceptées | Analyte | Unités | Moyenne | Nombre d'ensembles /valeurs acceptées |
|--------------------------|--------|---------|---------------------------------------|--------------------------|--------|---------|---------------------------------------|
| Ag | µg/g | 0.64 | 11 / 51 | Na (AD2) ^b | % | 0.015 | 5 / 26 |
| Au (AD2,4) ^a | µg/g | 0.25 | 3 / 14 | Nb (no AD2) ^d | µg/g | 4 | 7 / 34 |
| Bi | µg/g | 0.3 | 7 / 34 | Pd | µg/g | 0.002 | 3 / 15 |
| Cr (AD2) ^b | µg/g | 140 | 7 / 37 | Sn | µg/g | 1 | 7 / 34 |
| Cr (T) ^c | µg/g | 270 | 5 / 25 | Ta | µg/g | 0.3 | 3 / 15 |
| Cs (no AD2) ^d | µg/g | 1.7 | 5 / 24 | Tb (T) ^c | µg/g | 1.1 | 5 / 25 |
| Dy (T) ^c | µg/g | 7 | 4 / 20 | Ti (AD3,4) | % | 0.3 | 7 / 34 |
| Er (T) ^c | µg/g | 4.4 | 4 / 20 | Tl (AD4) | µg/g | 0.40 | 5 / 24 |
| Eu (T) ^c | µg/g | 1.5 | 5 / 25 | Tm (T) ^c | µg/g | 0.66 | 4 / 20 |
| Gd (T) ^c | µg/g | 6.3 | 4 / 20 | U | µg/g | 0.4 | 3 / 15 |
| Hf (T) ^c | µg/g | 3.5 | 6 / 30 | V (AD2) ^b | µg/g | 50 | 4 / 20 |
| Ho (T) ^c | µg/g | 1.5 | 4 / 20 | W (AD2) ^b | µg/g | 12 | 4 / 20 |
| Li | µg/g | 27 | 7 / 34 | Y (T) ^c | µg/g | 38 | 6 / 30 |
| Lu (T) ^c | µg/g | 0.7 | 6 / 30 | Zr (AD2) ^b | µg/g | 5 | 4 / 20 |

a Inclut à la fois les données obtenues par digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique et les digestions avec quatre acides

b Inclut seulement les données obtenues par la digestion avec deux acides, habituellement l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique

c Les méthodes pour le recouvrement total (T) : inclut seulement la digestion avec quatre acides dans un bécher couvert, différentes fusions et l'analyse instrumentale par activation neutronique; les données obtenues par digestion avec les acides dans un bécher non couvert sont exclues puisqu'elles sont considérées comme des valeurs aberrantes de la méthode utilisée selon les modèles statistiques appliqués

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

SOURCE

Le GTS-2a est un échantillon de résidus miniers aurifères qui provient d'une digue de résidus de la mine Porcupine à Timmins, Ontario, Canada. La matière brute a été fournie par Goldcorp Canada Limited, Porcupine Gold Mine. Elle provient de la même source que le matériau précédent, GTS-2.

DESCRIPTION

Les espèces minérales présentes sont le quartz (33,5%), le clinocllore (14,0%), le K-feldspath (13,5%), l'ankérite (13,5%), la muscovite (11,4%), l'albite (4,3%), la calcite (2,1%), la sidérite (1,7%), la biotite (1,2%), la rutile et la magnétite (les deux à 0,7%), l'anorthite et la pyrite (les deux à 0,6%), différents minéraux à l'état de trace incluant plusieurs silicates, terres rares, arsénopyrite, sphalérite, chalcopyrite,

mélonite, altaïte, graphite (pour un total de 0,6%), l'apatite (0,5%), le Mg-ferrite la pyrrhotite (les deux à 0.3%), la gypse, l'ilménite et le talc (les trois à 0.1%) et l'épidote (0.01%).

UTILISATION PRÉVUE

Le GTS-2a 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 GTS-2a doit être utilisé « tel quel », sans séchage. Le contenu de la bouteille doit être bien mélangé avant d'en prélever des échantillons. 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 et tamisée pour éliminer les particules supérieures à 75 µm. La récupération de la fraction inférieure à 75µm est de soixante dix-huit pourcent. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles de 350 g.

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 pyroanalyse avec récupération au plomb a été réalisée sur des échantillons de 30 g, suivie du dosage de l'or 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 0,25g de chaque sous-échantillon a été digérée en utilisant quatre acides soient les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique et analysée pour le cuivre et nickel par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence; et pour le plomb par la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Une masse de 0,15g de chacun des trois 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-six 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 sont la pyroanalyse avec récupération au plomb et la digestion avec deux ou quatre acides suivies 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, l'analyse gravimétrique et l'analyse instrumentale par activation neutronique.

Les méthodes utilisées pour les autres éléments sont la digestion par différents acides dans un bécher avec ou sans verre de montre, la digestion micro-onde, 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 fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x, et d'une 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 et le tellure. La perte au feu a été déterminée pour un échantillon de 1-2 g pour une période de temps variant entre 0.25 et 3 heures à une température située entre 900 à 1050°C. Le dosage du soufre a été déterminé en utilisant la digestion par différents acides suivie par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence ou l'analyse gravimétrique, par la préparation de perles de fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x, ainsi qu'un par combustion couplé à un détecteur infrarouge. Le dosage du silicium a été déterminé en utilisant différents types de fusions ou de digestions avec différents acides suivis par la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, l'analyse gravimétrique ou une fusion suivie d'une analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons x.

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 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-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 ou encore 6 séries de données pour lesquelles l'analyse statistique des données justifie une valeur provisoire. Ce dernier groupe inclut (i) l'aluminium, le magnésium, et le strontium par la digestion avec deux acides (ii) le béryllium et le néodyme par toutes les méthodes sauf celle par digestion avec deux acides (iii) l'ytterbium par les méthodes de recouvrement total et (iv) le praséodyme par toutes les méthodes. Les valeurs informatives de 28 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

GTS-2a est un nouveau matériau.

PÉRIODE DE VALIDITÉ

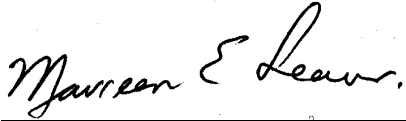
Les valeurs certifiées indiquées dans ce certificat sont valides jusqu'au 30 septembre 2032. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour seront publiées sur le site Web du PCMRC.

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.