



CCRMP
Canadian Certified Reference Materials Project

CANMET Mining and Mineral Sciences Laboratories
555 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1
Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573
E-mail: ccrmp@nrncan.gc.ca
www.ccrmp.ca

PCMRC
Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Laboratoires des mines et sciences minérales de CANMET
555, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1
Tél. : (613) 995-4738, Téléc. : (613) 943-0573
Courriel : pcmrc@nrncan.gc.ca
www.pcmrc.ca

Certificat d'analyse

Première publication : décembre 2007

Version : décembre 2007

WMS-1a

Matériau de référence certifié : sulfure massif contenant de l'or et des éléments du groupe platine

Tableau 1 - Valeurs certifiées pour le WMS-1a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type au sein du laboratoire	Écart type entre les laboratoires	Intervalle de confiance de la moyenne à 95 %
Al	%	1,350	0,021	0,084	0,051
As	µg/g	30,9	2,9	4,8	2,9
Au	µg/g	0,300	0,043	0,040	0,018
Ca*	%	3,09	0,05	0,17	0,11
Cu**	%	1,396	0,014	0,045	0,021
Fe	%	45,4	0,5	1,2	0,6
Ni	%	3,02	0,05	0,15	0,07
Pd	µg/g	1,45	0,05	0,11	0,05
Pt	µg/g	1,91	0,07	0,10	0,05
Rh	µg/g	0,222	0,015	0,052	0,038
S	%	28,17	0,27	0,96	0,69

* Les données obtenues par digestion avec deux acides sont exclues de la valeur certifiée à cause de résultats statistiques aberrants.

** Les données obtenues par digestion avec deux acides sont exclues de la valeur certifiée à cause de méthodes statistiques aberrantes en se basant sur des analyses statistiques.



Tableau 2 – Valeurs provisoires pour le WMS-1a

Élément	Unités	Moyenne	Écart type au sein du laboratoire	Écart type entre les laboratoires	Intervalle de confiance de la moyenne à 95 %
Ag	µg/g	3,7	0,2	1,3	0,5
Co	%	0,145	0,002	0,017	0,008
Cr	µg/g	68	3	15	10
K	%	0,0991	0,0034	0,0094	0,0073
Ir*	µg/g	0,322	0,010	0,018	0,019
Mg	%	0,331	0,007	0,035	0,022
Mn	µg/g	600	10	120	70
Na	%	0,0329	0,0034	0,0074	0,0065
Ru*	µg/g	0,145	0,007	0,013	0,015
Sb	µg/g	6,92	1,01	0,98	0,96
Sr	µg/g	31,3	0,7	5,2	4,3
Ti	µg/g	840	20	120	80
V	µg/g	140	6	25	21
Zn	µg/g	130	4	19	8

*L'analyse statistique des résultats pour ces éléments justifie une classification provisoire, même s'il y a seulement 6 ensembles de données pour le ruthénium et 7 ensembles de données pour l'iridium. La valeur du ruthénium est basée sur la méthode de pyroanalyse en ajoutant du sulfure de nickel.

Tableau 3 - Valeurs informatives pour le WMS-1a

L'analyte	Unités	Moyenne	Groupe de laboratoires/ valeurs acceptés
Ba	µg/g	70	7 / 35
Bi	µg/g	1,2	3 / 15
C	%	0,1	2/10
Cd	µg/g	1,4	4 / 20
Ce	µg/g	7,9	4 / 20
Cu (AD2)*	%	1,34	6 / 30
Cs	µg/g	0,6	4 / 20
Dy	µg/g	0,8	3 / 15
Er	µg/g	0,4	3 / 15
Eu	µg/g	0,2	4 / 20
Ga	µg/g	4	3 / 15
Gd	µg/g	0,8	3 / 15

Hf	µg/g	0,5	4 / 20
Ho	µg/g	0,2	3 / 15
In	µg/g	0,2	3 / 15
La	µg/g	4,3	5 / 30
Li	µg/g	3	4 / 20
H ₂ O (105 – 110°C)	%	0,2	2 / 10
LOI**	%	11	2 / 10
Lu	µg/g	0,08	3 / 15
Mo	µg/g	3,0	7 / 35
Nb	µg/g	2,0	3 / 15
Nd	µg/g	4	3 / 15
Os	µg/g	0,15	3 / 12
P	%	0,018	7 / 35
Pb	µg/g	33	18 / 88
Pr	µg/g	1,0	3 / 15
Rb	µg/g	3	3 / 15
Sc	µg/g	3	4 / 25
Se	µg/g	87	7 / 40
Si	%	4,7	6 / 30
Sm	µg/g	0,8	4 / 25
Sn	µg/g	2,3	4 / 20
Ta	µg/g	0,1	3 / 15
Tb	µg/g	0,1	3 / 15
Th	µg/g	1,2	3 / 15
Tm	µg/g	0,08	3 / 15
U	µg/g	0,5	4 / 20
Y	µg/g	4	4 / 20
Yb	µg/g	0,5	4 / 20
Zr	µg/g	20	4 / 20

* Le dosage du cuivre est effectué uniquement au moyen de la méthode de digestion par deux acides.

** La perte au feu à 1000 – 1050°C.

SOURCE

La matière brute utilisée pour préparer le matériau de référence WMS-1a a été prélevée sur la propriété Wellgreen, située près de Whitehorse, au Yukon. La mine appartient à la société Northern Platinum Limited. Le matériau WMS-1a provient de la même mine que le précédent matériau de cette série, soit le matériau WMS-1, qui n'est plus disponible.

DESCRIPTION

Les principaux minéraux présents dans le matériau WMS-1a comprennent la pyrrhotite (59,7 %), le clinocllore (11,2 %), un mélange composé en grande partie d'actinote et de traces de sépiolite (9,1 %), la pentlandite (8,8 %), le clinopyroxène (6,0 %) et la chalcopyrite (4,1 %). Les minéraux présents en plus petites concentrations sont entre autres le mica (0,8%), la magnétite (0,2 %) et la galène (0,1 %).

UTILISATION PRÉVUE

On peut utiliser le WMS-1a pour déterminer les teneurs en or et des éléments du groupe platine et des principaux éléments, des éléments secondaires et des éléments traces en minéraux. Il peut être utilisé entre autres pour du contrôle de la qualité, de l'élaboration de méthodes, des évaluations environnementales et de l'étalonnage d'équipement.

MODE D'EMPLOI

Le WMS-1a doit être utilisé « tel quel », sans séchage, Il faut bien mélanger le contenu de la bouteille avant d'en prendre des échantillons. Le contenu de la bouteille doit être exposé à l'air le moins possible. Le matériau non utilisé doit être entreposé sous un gaz inerte dans un dessiccateur ou placé dans un sachet thermoscellé neuf fait d'une pellicule d'aluminium laminée. Les valeurs attribuées étaient valides à la date d'émission, LMSM-CANMET n'est pas responsable des changements survenant après la réception du matériau par l'utilisateur.

PRÉCAUTIONS DE MANUTENTION

Il est recommandé de prendre les mesures de sécurité habituelles, notamment de porter des lunettes de sécurité, un appareil de protection des voies respiratoires dans le cas d'un matériau en particules fines, des gants et un sarrau.

MÉTHODE DE PRÉPARATION

La matière brute a été broyée, moulue, et tamisée pour enlever une fraction en plus de 74 µm. Le matériau a été mélangé et réparti dans des bouteilles qui en contiennent chacune 200 g. Le rendement a été de 83 %. Chacune des bouteilles a été scellée en présence d'azote dans un sachet en pellicule d'aluminium laminée Mylar, afin de prévenir l'oxydation.

HOMOGENÉITÉ

On a déterminé l'homogénéité du matériau au moyen de vingt-deux bouteilles choisies par échantillonnage aléatoire stratifié. Deux parties provenant de chaque bouteille ont été analysées. Une préconcentration d'essai pyrognostique avec récupération du plomb a été exécutée sur des échantillons de 10 g, suivie du dosage de l'or, du platine et du palladium par spectrométrie de masse et par spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence. En outre, des échantillons de 0,25 g ont subi une digestion par les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique. Le dosage de l'argent, du cuivre et du nickel a été effectué au moyen de la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, et celui du plomb et du zinc, par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence. Dans le cadre d'une troisième série d'analyses, des échantillons de 0,15 g ont été utilisés pour doser le soufre au moyen d'essais de combustion.

L'utilisation d'un sous-échantillon plus petit que les quantités susmentionnées invalidera l'utilisation des valeurs certifiées et des paramètres connexes. L'analyse de la variance à un facteur (ANOVA) a été utilisée pour évaluer l'homogénéité de ces éléments¹. Le rapport du carré moyen pour toutes les bouteilles et de celui pour une même bouteille a été comparé à la statistique F, pour un niveau de probabilité de 95 %. Aucune indication d'un manque d'homogénéité n'a été observée pour les éléments susmentionnés.

VALEURS CERTIFIÉES

Trente-trois laboratoires industriels, commerciaux et gouvernementaux ont participé à un programme de mesure interlaboratoire, en employant des méthodes d'analyse de leur choix. Des essais pyrognostiques, des méthodes de digestion par plusieurs acides et des techniques de combustion et de fusion ont été utilisés lors de l'étape de concentration. Lors de l'étape du dosage des éléments, les techniques et méthodes d'analyse utilisées comprenaient la spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence, la spectrométrie d'émission atomique, l'activation neutronique, la fluorescence X, le dosage par production d'hydrure, la spectrophotométrie UV-visible et l'analyse gravimétrique.

ANOVA a été utilisée pour déterminer la valeur consensuelle et d'autres paramètres statistiques¹ du programme de mesure interlaboratoire. Les valeurs sont réputés être certifiées si ils sont calculées à partir d'au moins 10 ensembles de données qui répondent au critère statistique du PCMRC en matière de concordance des résultats. Les valeurs moyennes pour onze éléments ont été certifiées (voir le tableau 1).

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 de documents de référence pour évaluer les résultats de laboratoire, les utilisateurs sont dirigés vers 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.ccrmp.ca, publications, qui est basée sur le Guide ISO Guide 33:2000.

VALEURS NON CERTIFIÉES

Quatorze valeurs provisoires (voir le tableau 2) ont été calculées à partir de 8 ou 9 ensembles de données qui répondent au critère statistique du PCMRC en matière de concordance des résultats, ou sinon, à partir de plus de 8 ensembles de données qui ne répondent pas aux critères statistiques essentiels du PCMRC, en matière de certification. Des valeurs informatives pour les 41 éléments figurant au tableau 3 ont été calculées à partir des moyennes de 2 ensembles de résultats.

TRAÇABILITÉ

Les valeurs indiquées dans le présent certificat sont basées sur les valeurs consensuelles calculées à partir des analyses statistiques des données provenant du programme de mesure interlaboratoire.

HISTORIQUE DE LA CERTIFICATION

WMS-1a est un nouveau matériau.

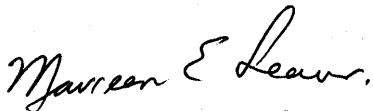
PÉRIODE DE VALIDITÉ

Les valeurs certifiées indiquées dans la présente sont valides jusqu'au 31 décembre 2030. La stabilité du matériau sera vérifiée tous les deux ans, jusqu'à l'épuisement des stocks. Les mises à jour seront publiées au site Web du PCMRC.

AVIS JURIDIQUE

LMSM-CANMET a produit ce matériau de référence et évalué statistiquement les données analytiques du programme de certification interlaboratoire du mieux qu'il le pouvait. Sur réception de la présente, l'acheteur garantit LMSM-CANMET contre toute responsabilité et tout coût découlant de l'utilisation de ce matériau et de cette information.

AGENTS DE CERTIFICATION



Maureen E. Leaver - Coordonnatrice de PCMRC



Joseph Salley - Chef de projet

POUR DE PLUS AMPLES INFORMATIONS

Le rapport de certification du WMS-1a est distribué gratuitement sur demande :

PCMRC
LMSM-CANMET (RNCAN)
555, rue Booth
Ottawa (Ontario), Canada K1A 0G1
Téléphone : (613) 995-4738
Télécopieur : (613) 943-0573
Courriel : 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.