



Note Technique TN-401

Procédures d'AQ/CQ pour les Systèmes PhotonAssay™ de Chrysos

Résumé

Cette note technique offre un aperçu général des procédures utilisées pour contrôler la qualité des données lors du fonctionnement classique d'une unité PhotonAssay™ de Chrysos. Les différences entre le PhotonAssay™ et les techniques de laboratoire conventionnelles y sont abordées, puisque le PhotonAssay™ présente des exigences spécifiques en matière d'assurance qualité et de contrôle qualité (AQ/CQ) par rapport aux méthodes destructives traditionnelles telles que la pyroanalyse.

Les procédures d'AQ/CQ du PhotonAssay™ reposent sur trois éléments principaux :

- des contrôles basiques de l'instrument et des mesures, effectués automatiquement pendant le fonctionnement classique ;
- une validation régulière des performances du système par l'analyse périodique d'échantillons de référence dont la composition est connue avec précision ;
- un examen périodique des résultats obtenus à long terme sur les échantillons de référence.

Bien que les contrôles basiques de l'instrument s'effectuent sans intervention de l'opérateur, la préparation et l'insertion des échantillons de référence nécessitent une intervention de l'utilisateur. L'exactitude et la précision des résultats fournis par l'unité PhotonAssay™ dépendent de l'application systématique des procédures et pratiques recommandées en matière d'AQ/CQ. Une sélection, une utilisation et un entretien continu appropriés des étalons de contrôle garantiront une performance constante et fiable.

Autres publications associées

TN-403 Chrysos PhotonAssay™ – Recommandations Relatives aux Étalons de Contrôle

TN-001 Chrysos PhotonAssay™ – Performance de Mesure pour l'Or sur Matériaux de Référence Certifiés

WI-023 Document d'Instruction de Travail intitulé : Remise en Bocal des Matériaux de Référence Certifiés

Sommaire

Résumé	ii
Sommaire	iii
1. Introduction	1
2. Étalons de contrôle et matériaux de référence certifiés	1
3. Sélection et utilisation des étalons de contrôle pour PhotonAssay™	4
3.1. Sélection des étalons	4
3.2. Blancs	5
3.3. Quantité	5
3.4. Mesure	6
3.5. Entretien continu et maintenance des étalons	6
4. Mesures répétées et dupliquées	7
5. Processus automatisés et manuels d'AQ/CQ de Chrysos	7
5.1. L'AQ/CQ de l'instrument	7
5.2. L'AQ/CQ effectué sur les étalons	8
5.3. Examen par l'équipe CQ de Chrysos	9
6. Rapports d'AQ/CQ	9
7. Conclusion	10
8. Références	11



1. Introduction

L'Assurance Qualité et le Contrôle Qualité (AQ/CQ) constituent un élément essentiel de tout processus d'analyse en laboratoire, garantissant que les résultats analytiques obtenus soient adaptés à l'usage prévu.

La procédure généralement acceptée en matière d'AQ/CQ consiste à insérer des étalons spécialement préparés, dont les concentrations sont connues (y compris des blancs), dans le flux d'échantillons de matériaux inconnus afin de valider la méthode d'analyse. Les résultats analytiques obtenus pour ces étalons sont ensuite comparés à leurs valeurs de référence acceptées. La représentation graphique des résultats sur un diagramme de contrôle permet de détecter facilement les écarts, tendances ou variances inacceptables. L'inclusion d'échantillons répétés et dupliqués constitue un autre contrôle important, tant pour la méthode analytique que pour les erreurs d'échantillonnage.

PhotonAssay™ est une technique entièrement automatisée et non destructive permettant l'analyse rapide de l'or et d'autres éléments. Contrairement aux méthodes chimiques telles que la pyroanalyse, qui reposent sur l'extraction de l'or de l'échantillon avant qu'il ne puisse être mesuré, PhotonAssay™ mesure directement les atomes d'or à l'intérieur d'un échantillon de minerai à l'état brut. Pour certains matériaux de référence, cela peut entraîner des différences faibles mais systématiques entre les teneurs moyennes mesurées à l'aide de PhotonAssay™ et celles obtenues par les méthodes traditionnelles. Les précisions instrumentales de PhotonAssay™ et de la pyroanalyse varient également différemment en fonction de la teneur en or. L'ensemble de ces facteurs rend indispensable l'utilisation de valeurs de teneur moyenne et de limites de contrôle adaptées à la méthode pour tout étalon utilisé dans un programme de contrôle qualité.

En tant que technique automatisée, PhotonAssay™ offre des niveaux supplémentaires d'AQ/CQ qui vont au-delà des simples contrôles qualité à l'aide d'étalons. Premièrement, l'unité surveille en continu la qualité des données brutes, le logiciel interne vérifiant que la source de rayons X, l'automatisation, la robotique et les systèmes de détection fonctionnent correctement. L'analyse d'un disque de référence avec chaque échantillon permet de détecter et de corriger la plupart des problèmes matériels susceptibles de survenir à chaque cycle. Deuxièmement, le logiciel vérifie en continu les étalons de contrôle et les blancs analysés dans le flux d'échantillons alimentant l'appareil. Ces vérifications s'inscrivent dans un processus automatisé qui détecte les problèmes et signale les lots nécessitant un examen humain. Cet examen, effectué par le personnel d'AQ/CQ de Chrysos, constitue le troisième et dernier niveau d'AQ/CQ.

2. Étalons de contrôle et matériaux de référence certifiés

Les matériaux de référence certifiés (CRM) constituent un exemple courant de normes de contrôle utilisées à des fins d'AQ/CQ. Les CRM sont des matériaux soigneusement préparés par un fabricant commercial afin de garantir une grande homogénéité ou uniformité. Les teneurs et la plage d'incertitude associée des éléments clés sont certifiées par le fabricant pour des méthodes analytiques spécifiques telles que la pyroanalyse ou le PhotonAssay™. Ces teneurs sont généralement déterminées dans le cadre d'un essai interlaboratoire, au cours duquel les échantillons sont envoyés à plusieurs laboratoires réputés et les résultats combinés statistiquement.

Si un matériau ne dispose pas d'une valeur certifiée pour la méthode analytique choisie, une concentration connue peut alors être déterminée par des analyses répétées du matériau, effectuées par le laboratoire à l'aide de cette méthode d'analyse. La variance ou l'écart-type des valeurs mesurées peut également être déterminé simultanément, fournissant des informations utiles pour la définition des limites de contrôle de ce matériau.

PhotonAssay™ et la pyroanalyse sont des méthodes analytiques différentes. PhotonAssay™ est intrinsèquement insensible au type de matériau ; ainsi, la matrice et la composition n'ont aucune incidence sur la teneur en or mesurée, tandis que la pyroanalyse est une méthode d'analyse de l'or dépendante de la matrice. Par exemple, les matériaux particulièrement réfractaires peuvent présenter un taux de récupération de l'or inférieur à 100 % par pyroanalyse, alors que l'analyse par PhotonAssay™ n'est pas affectée. Inversement, les matériaux à forte teneur en uranium ou en thorium (éléments d'arrière-plan pour PhotonAssay™) peuvent présenter une variance de teneur plus importante que lorsqu'ils sont mesurés par pyroanalyse.

Il est important de noter que des tests approfondis de la technologie PhotonAssay™ sur de nombreux CRM certifiés par pyroanalyse (plus de 200 à ce jour, provenant de plusieurs fabricants) ont démontré que les teneurs obtenues par PhotonAssay™ et par pyroanalyse concordent étroitement et ne présentent aucune différence systématique de normalisation par rapport à la teneur (voir Figure 1 ; se référer également à la note technique TN-001 pour plus de détails). Afin de garantir la cohérence avec la méthode d'analyse de l'or par pyroanalyse, norme industrielle actuellement acceptée, et d'assurer la continuité des données entre les analyses réalisées à l'aide des deux méthodes, la normalisation globale de la méthode PhotonAssay™ a été initialement établie à l'aide d'un ensemble de matériaux certifiés par pyroanalyse.

Bien que les teneurs déterminées par PhotonAssay™ et par pyroanalyse concordent étroitement dans l'ensemble, les résultats relatifs à l'or pour certains CRM peuvent varier d'une méthode à l'autre. En règle générale, ces écarts sont inférieurs à 5 %, bien qu'un faible nombre de matériaux présente des différences plus importantes. La normalisation globale des teneurs obtenues par PhotonAssay™ et pyroanalyse pour les échantillons produits par les fabricants CDN, Geostats, OREAS et Rocklabs concordent à 1 % près, tandis que les matériaux provenant d'AMIS et de RRM présentent respectivement des écarts de normalisation positifs de 2,4 % et 4,8 % pour PhotonAssay™ par rapport à la pyroanalyse. Aucune tendance systématique n'est observable en fonction de la teneur, et ces différences semblent refléter des variations dans les matériaux utilisés pour la préparation des CRM.



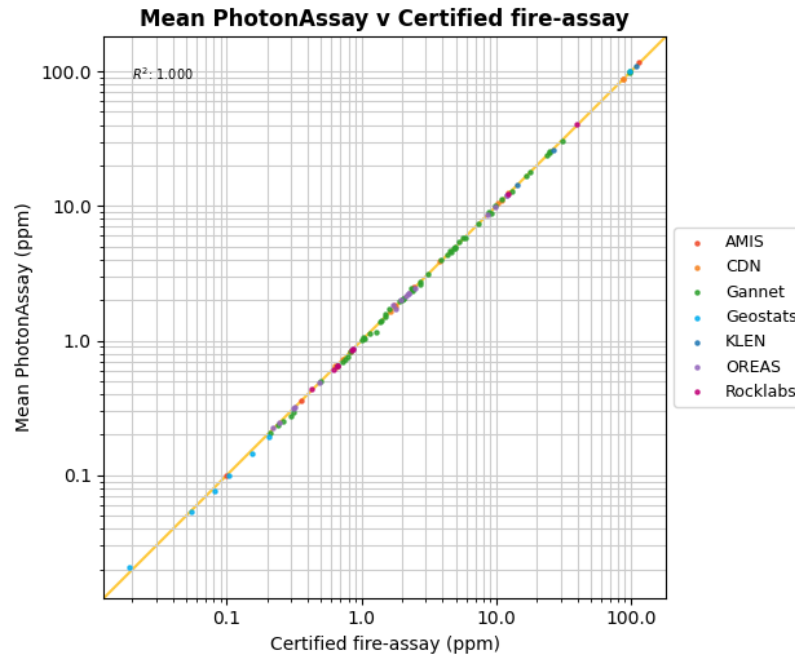


Figure 1. Comparaison des teneurs moyennes en or obtenues par PhotonAssay™ et par pyroanalyse pour un ensemble de 114 échantillons provenant de sept fabricants.

Lors de l'utilisation d'un CRM pour l'AQ/CQ, outre la connaissance de la teneur moyenne attendue, il est également essentiel de comprendre la précision de mesure attendue. Pour un instrument performant, la teneur mesurée présentera une distribution gaussienne (ou normale) autour de la teneur réelle, caractérisée par un certain écart-type. Plus l'écart-type est faible, plus la mesure est précise. La connaissance de l'écart-type est essentielle pour définir des « limites de contrôle », qui sont des seuils utilisés pour distinguer les écarts acceptables des écarts inacceptables par rapport à la moyenne.

Il est important de noter que les écarts-types interlaboratoires indiqués sur les fiches techniques des CRM par les fabricants ne sont pas destinés à être utilisés pour définir des limites de contrôle de cette manière. Des extraits des fiches techniques fournies par les fabricants OREAS¹ et Rocklabs² le soulignent :

- OREAS : « Lors de l'utilisation de l'écart-type dans le suivi des performances, il est important de noter que tous les laboratoires ne fonctionnent pas au même niveau de compétence et que les différentes méthodes utilisées dans un laboratoire donné présentent des niveaux de précision variables. Chaque laboratoire possède son propre écart-type inhérent (pour un niveau de concentration et une paire analyte-méthode spécifiques) en fonction du processus analytique, et cet écart-type n'est pas directement lié au programme de test interlaboratoire. »
- Rocklabs : « La meilleure pratique que nous recommandons consiste à constituer un historique des résultats d'analyse obtenus et à les reporter sur un tableau de contrôle afin de déterminer tout biais et toute variabilité propres au laboratoire. La ligne médiane et les limites de contrôle appropriées pour ce tableau doivent être basées sur

¹ <https://www.oreas.com/downloads/?fileId=1491>

² <https://www.scottautomation.com/assets/Reference-Materials/30-11-20/OxE166-signed.pdf>

le niveau moyen et la variation observés dans les données propres au laboratoire. Ce tableau donnera une image claire de la stabilité à long terme – ou de l'absence de stabilité – du processus d'analyse du laboratoire, fournissant ainsi de bons indices quant aux causes de tout problème éventuel. »

Le PhotonAssay™ et la pyroanalyse sont deux méthodes distinctes dont la précision varie différemment en fonction de la teneur en or. Par exemple, l'erreur instrumentale de PhotonAssay™ est généralement inférieure à celle de la pyroanalyse pour des teneurs supérieures à 2-3 ppm, alors que dans la plage de 0,3 à 3 ppm, la précision des deux méthodes est comparable ; enfin, pour des teneurs inférieures à environ 0,3 ppm, la pyroanalyse présente une meilleure précision³.

Tableau 1. Performances types du PhotonAssay™ et de la pyroanalyse sur des matériaux de référence certifiés. Pour la pyroanalyse, les limites de détection sont tirées de Hoffman, Clark, & Yeager (1999) ; les plages de précision sont estimées à partir des valeurs d'écart-type interlaboratoires.

Performance d'analyse de l'or	Valeur pour la pyroanalyse	Valeur pour 2 cycles de PhotonAssay™
Limite de détection (2σ)	1 ppb (ICP) 5-10 ppb (AAS) 20-30 ppb (grav.)	10 ppb (blancs) 15-30 ppb (minerai typique)
Teneur à laquelle une précision de 10 % (1 écart-type) est atteinte	0,1-0,2 ppm	0,2-0,3 ppm
Précision à 0,35 ppm	5-8 %	7 %
Précision à 1 ppm	3-7 %	4 %
Précision à >10 ppm	2,5-3,5 %	2%

Les différences intrinsèques entre les deux méthodes impliquent que l'utilisation de teneurs moyennes certifiées par pyroanalyse et de valeurs d'écart-type pour l'AQ/CQ de PhotonAssay™ n'est pas acceptable et peut entraîner des échecs apparents à l'AQ/CQ. L'utilisation de teneurs moyennes adaptées à la méthode et la sélection de limites de contrôle reflétant correctement la précision de la méthode sont essentielles pour une AQ/CQ appropriée.

De plus en plus, les fabricants fournissent désormais des CRM incluant des teneurs moyennes et des écarts-types certifiés PhotonAssay™, et ces valeurs doivent être utilisées pour l'AQ/CQ lorsqu'elles sont disponibles.

3. Sélection et utilisation des étalons de contrôle pour PhotonAssay™

3.1. Sélection des étalons

Lors du fonctionnement normal d'une unité PhotonAssay™, des étalons de contrôle homologués doivent être inclus dans le flux d'échantillons. Ces étalons homologués sont utilisés par les processus automatisés d'AQ/CQ de Chrysos pour surveiller les performances de l'instrument et garantir une analyse constante de haute qualité. De plus, les laboratoires et les clients peuvent, s'ils le souhaitent, inclure des étalons « à l'aveugle ».

Chrysos fournit une liste recommandée d'étalons de contrôle et de blancs à utiliser avec chaque service PhotonAssay™. Ces étalons de contrôle sont associés à des valeurs recommandées de teneur moyenne et d'écart-type qui devraient être utilisées pour le contrôle

³ En ce qui concerne l'erreur totale de mesure (erreurs d'échantillonnage et d'instrument combinées) sur des échantillons réels, PhotonAssay™ s'avère généralement plus précis que la méthode par pyroanalyse, et ce jusqu'à des teneurs en or de 0,1 ppm.

qualité (CQ) interne continu. PhotonAssay™ étant intrinsèquement insensible au type de matériau et indépendant de la taille des particules, aucun ajustement de matrice n'est nécessaire. Par exemple, la série d'étalons de contrôle recommandée pour le service d'analyse de l'or standard (PAAU02) comprend un blanc, deux échantillons de faible teneur, deux de teneur moyenne et un de teneur élevée ; les détails figurent dans la Note Technique TN-403 (Chrysos PhotonAssay™ – Recommandations Relatives aux Étalons de Contrôle). Ces étalons ont été sélectionnés pour les raisons suivantes :

- Ils couvrent toute la gamme de concentrations mesurables pour chaque service ;
- Bon nombre d'entre eux ont obtenu une certification externe pour la méthode PhotonAssay™ ou ont fait l'objet d'une évaluation interne de leurs performances par Chrysos ;
- Les matériaux de plus faible teneur présentent de faibles niveaux d'uranium, de thorium et de baryum, ce qui améliore la précision des mesures et fournit des résultats statistiquement plus exploitables pour évaluer les performances de l'instrument ;
- Les étalons de faible teneur (< 0,6 ppm) sont moins fiables pour le suivi de la normalisation de l'unité en raison de la précision instrumentale moindre à ces teneurs.

Lors de la sélection d'étalons de contrôle ne figurant pas sur la liste recommandée de la TN-403, il est recommandé de contacter Chrysos afin de discuter des exigences et d'évaluer l'adéquation des matériaux sélectionnés.

3.2. Blancs

Les blancs sont mesurés dans le cadre de la série d'étalons de contrôle et sont traités de la même manière par le logiciel d'AQ/CQ de l'unité PhotonAssay™. Ces blancs sont analysés afin de calculer les limites de détection et de vérifier que l'unité ne détecte que des concentrations mesurables dans des échantillons dont la teneur est supérieure à la limite de détection. L'ajout de blancs constitue également une source de données permettant un suivi à long terme du fonctionnement de l'unité.

Chrysos recommande l'utilisation d'un échantillon blanc dans le cadre de la série d'étalons de contrôle pour chaque service (voir TN-403). Ces blancs doivent être exempts d'éléments interférents (teneur minimale en U ou Th, idéalement < 1 ppm), car des teneurs élevées en éléments interférents augmentent la limite de détection. Un sable blanc propre (par exemple, du sable de bac à sable) est un matériau facilement disponible et peu coûteux qui répond généralement à ces exigences.

3.3. Quantité

Il convient d'acheter initialement une quantité suffisante de chaque étalon de contrôle pour permettre la préparation de 5 à 6 bocal de chaque matériau. Un seau de 2,5 kg de matériau devrait suffire dans la plupart des cas. Les bocal contenant les étalons de contrôle doivent être remplis au fur et à mesure que le matériau se tasse ou est perdu en cas de mauvaise manipulation des bocal (voir section 3.5) ; il est donc nécessaire de disposer de matériau de réserve provenant du même lot du fabricant.

Comme PhotonAssay™ est une méthode non destructive, un même bocal d'étalon de contrôle sera réutilisé plusieurs fois sur une période de plusieurs jours ou semaines. Le fait de disposer

de plusieurs bocal en circulation simultanément réduit l'impact des erreurs liées à un bocal donné, par exemple en cas de perte de matériau.

3.4. Mesure

Les étalons de contrôle destinés à l'AQ/CQ de PhotonAssay™ doivent être répartis de manière homogène parmi les bocal d'échantillons, à raison d'un étalon de contrôle pour 20 bocal d'échantillons du client. Cela permet d'analyser un étalon de contrôle toutes les 20 minutes environ. Les bocal contenant les étalons de contrôle doivent être enregistrés au préalable dans la base de données de Chrysos, afin que leurs teneurs observées puissent être utilisées pour le suivi automatique d'AQ/CQ. Ces mêmes étalons sont également utilisés lors de la mise en service pour la confirmation initiale des performances du système.

La fréquence d'insertion requise des étalons permet au logiciel automatisé d'AQ/CQ de Chrysos de suivre en permanence la qualité des données et les performances de l'instrument. Si la fréquence des étalons de contrôle est trop faible, ou si ceux-ci ne sont pas répartis de manière homogène dans le lot, l'unité risque de fonctionner « à l'aveugle » pendant de longues périodes. Cela peut augmenter le risque d'échec des contrôles automatiques d'AQ/CQ une fois le lot entier traité. Si les contrôles automatiques d'AQ/CQ échouent, les données devront être examinées par l'équipe d'AQ/CQ de Physique de Chrysos avant de pouvoir être publiées. Dans l'ensemble, une fréquence plus élevée des étalons de contrôle assurera un meilleur suivi des performances de l'instrument, garantira la cohérence des données et accélérera leur traitement. Des étalons de contrôle supplémentaires peuvent être ajoutés « à l'aveugle » au flux d'échantillons, permettant au client d'effectuer des contrôles d'AQ/CQ indépendants.

3.5. Entretien continu et maintenance des étalons

Comme PhotonAssay™ est une méthode non destructive et que les mêmes bocal d'étalons de contrôle sont utilisés à plusieurs reprises avant d'être remplacés, il est important de veiller à leur bonne gestion et à leur entretien.

Une bonne connaissance du poids et du niveau de remplissage est essentielle pour obtenir des résultats PhotonAssay™ précis ; il est donc indispensable de vérifier et d'éviter toute variation du poids ou du niveau de remplissage des bocal. Afin d'éviter que le tassement ou la perte de matériau n'affecte les résultats, les bocal d'étalons de contrôle doivent être maintenus bien remplis, avec un niveau de remplissage de 100 %. Le niveau de remplissage des bocal a tendance à diminuer avec le temps, en raison de la perte éventuelle de matériau lors d'une mauvaise manipulation et du tassement du matériau à l'intérieur du bocal à mesure qu'il perd l'air qu'il contient. Certains matériaux sont plus sujets au tassement que d'autres. Le niveau de remplissage du bocal n'est mesuré que lors de l'enregistrement initial du bocal étalon de contrôle dans le système⁴ ; ainsi, le tassement au fil du temps peut entraîner une surestimation du remplissage, car les étalons de contrôle sont continuellement réanalysés. Lors de la préparation initiale d'un étalon de contrôle, un processus de remplissage correct doit empêcher toute diminution substantielle du niveau de remplissage du bocal pendant sa durée de vie. Il convient de rajouter du matériau et de réenregistrer les étalons de contrôle si le niveau de remplissage d'un bocal diminue pour quelque raison que ce soit.

⁴ Lorsque les bocal passent à plusieurs reprises dans le système, leur base peut s'abîmer et se rayer, ce qui nuit aux performances du système optique de mesure du niveau de remplissage.

Les étalons de contrôle doivent être remis en bocaux avant qu'un bocal n'atteigne 130 cycles (cycles de 15 s) ou 60 cycles (cycles de 40 s) d'utilisation. En règle générale, cela se produit tous les 1 à 2 mois, selon l'utilisation moyenne de l'unité. Pour le processus complet de remise en bocal, se référer au Document d'Instruction de Travail de Chrysos WI-023. La remise en bocal est nécessaire car les bocaux, en plastique, deviennent fragiles après plusieurs passages dans la machine, augmentant le risque de fissuration et de perte de matériau. Le logiciel automatique de Chrysos met hors service un bocal étalon de contrôle dès qu'il a atteint le nombre maximal de cycles. Cela signifie que le matériau ne peut plus être réutilisé tant qu'il n'a pas été remis en bocal et pourvu d'un nouveau code-barres.

4. Mesures répétées et dupliquées

Les mesures répétées consistent à effectuer plusieurs mesures sur la même portion de matériau, tandis que les mesures dupliquées consistent à analyser deux portions distinctes de matériau préparées à partir du même échantillon.

Dans le cas de la pyroanalyse, il est impossible d'effectuer des mesures répétées sur la même aliquote, car le matériau est détruit au cours de l'analyse. Par conséquent, la précision de la méthode ne peut être déduite qu'en effectuant des mesures dupliquées sur différentes aliquotes d'étalons de contrôle suffisamment homogènes.

La répétabilité du PhotonAssay™ est principalement déterminée par les erreurs statistiques associées au comptage des rayons gamma individuels émis par l'échantillon. La précision du PhotonAssay™ pour un échantillon donné dépend de la teneur, de la présence d'autres éléments d'arrière-plan tels que l'uranium, le thorium et le baryum, ainsi que de l'hétérogénéité de l'échantillon. Le logiciel d'analyse utilisé pour calculer la teneur d'un échantillon emploie également des techniques classiques de propagation des erreurs pour calculer la précision instrumentale attendue pour chaque valeur de teneur rapportée, et l'inclut dans le fichier de résultats dans la colonne « Error ». La précision calculée est également utilisée pour déterminer la limite inférieure de détection (LDL) de chaque élément présent dans l'échantillon.

La précision instrumentale étant indiquée pour chaque échantillon, il n'est pas nécessaire, a priori, d'effectuer des mesures répétées pour déterminer la précision du PhotonAssay™. Toutefois, comme PhotonAssay™ est une technique non destructive, la répétabilité peut être vérifiée si nécessaire en analysant simplement un échantillon autant de fois que souhaité et en comparant les résultats obtenus. Pour les échantillons très hétérogènes, la répétabilité observée peut dépasser la précision instrumentale rapportée en raison du déplacement de l'or à l'intérieur du bocal.

5. Processus automatisés et manuels d'AQ/CQ de Chrysos

Les unités PhotonAssay™ effectuent de nombreux contrôles automatisés approfondis d'AQ/CQ, qui sont ensuite analysés hors-ligne par l'équipe d'AQ/CQ de Chrysos. Cette section résume les différents contrôles de qualité effectués avant que les résultats des lots ne soient communiqués aux clients.

5.1. L'AQ/CQ de l'instrument

Le logiciel de PhotonAssay™ effectue de nombreux contrôles de base avant le démarrage du système et pendant l'analyse des échantillons. Au début de chaque journée, des bocaux d'étalonnage (« k-cal ») sont analysés par l'unité afin de permettre une vérification automatisée

des conditions de fonctionnement des composants clés du PhotonAssay™ et un contrôle détaillé de l'étalonnage. Pendant le fonctionnement, l'état de la source de rayons X, des détecteurs de rayons gamma, du système d'automatisation et des systèmes de sécurité est continuellement surveillé. Les analyses ne satisfaisant pas à l'un des contrôles de qualité sont automatiquement réanalysées. Si un écart significatif et persistant par rapport aux conditions de fonctionnement normales est détecté, le système passe automatiquement en « mode sécurisé » et empêche toute nouvelle analyse d'être effectuée.

Les facteurs susceptibles de déclencher le mode sécurisé incluent :

- un problème lié aux performances du détecteur ou au système de refroidissement cryogénique ;
- une source de rayons X fonctionnant en dehors des paramètres d'énergie ou de puissance requis ;
- des disques de référence mal positionnés dans leur plateau de présentation ;
- des problèmes d'automatisation entraînant des temps de transfert ou de mesure inhabituels ;
- des étalons de contrôle déviant fortement de leurs teneurs attendues.

Une fois le mode sécurisé déclenché, l'unité peut être redémarrée par l'utilisateur. Cependant, si l'unité passe de nouveau en mode sécurisé, cela indique qu'il existe probablement un problème nécessitant l'intervention d'un technicien de maintenance. Dans ce cas, l'utilisateur doit alerter l'équipe de maintenance de Chrysos.

5.2. L'AQ/CQ effectué sur les étalons

Le logiciel automatisé de Chrysos assure le suivi des étalons de contrôle enregistrés sur l'unité PhotonAssay™ afin de faciliter les processus réguliers d'AQ/CQ. Ceux-ci incluent :

- le suivi des performances du système au niveau des lots et des étalons de contrôle ;
- la génération automatique d'alertes en cas d'échec d'un contrôle d'AQ/CQ ;
- le suivi de la stabilité à long terme ;
- la génération automatique de graphiques d'AQ/CQ pour les étalons de contrôle sélectionnés.

Au cours du fonctionnement normal, l'analyse d'un étalon de contrôle déclenche une série de contrôles d'AQ/CQ automatisés. La plupart des rapports de teneurs d'échantillons sont automatiquement exportés une fois qu'un lot ne présentant aucun déclencheur d'AQ/CQ a été traité. Si les conditions d'AQ/CQ ne sont pas remplies, le logiciel signale le lot et empêche l'exportation directe du rapport vers le client, le retenant pour examen par l'équipe d'AQ/CQ de Chrysos (voir section 5.3).

Les contrôles d'AQ/CQ qui entraînent la mise en attente des données sont les suivants :

- Le rapport moyen pondéré des étalons de contrôle sur la période incluant le lot se situe en dehors de 2 écarts-types par rapport aux valeurs d'étalons enregistrées, pour 95 % des étalons de contrôle ;
- Un bocal d'étalon de contrôle se situe en dehors de 3 écarts-types par rapport à la teneur attendue ;

- Deux mesures consécutives d'un étalon de contrôle se situent en dehors de 2 écarts-types par rapport à la teneur attendue ;
- Il existe un décalage dans le cycle des bocal. Cela se produit lorsque le système automatisé a traité un bocal incorrect pour la séquence. Par conséquent, les deux bocal (celui attendu et celui mesuré) seront signalés comme « ERR » sans qu'aucun résultat ne soit fourni. Le rapport sera établi et le client informé de la présence de bocal sans résultat, qui pourront alors être réanalysés dans un autre lot.

Les contrôles des étalons de contrôle constituent la dernière étape du processus automatisé d'AQ/CQ. L'AQ/CQ par lot n'est effectué qu'une fois le lot terminé, c'est-à-dire lorsque tous les bocal ont terminé leurs cycles de mesure requis. Si toutes les conditions d'exportation sont remplies, le rapport du lot est exporté vers le client.

5.3. Examen par l'équipe CQ de Chrysos

Tout lot qui n'est pas automatiquement signalé est automatiquement transmis à l'équipe d'AQ/CQ de Chrysos pour examen. Cette équipe reçoit des notifications concernant d'éventuels problèmes liés à divers indicateurs : qualité des données brutes, détecteur, performances du LINAC, etc. L'équipe de physique examine la cause sous-jacente, et la communication des résultats est bloquée jusqu'à ce que cet examen soit terminé. Dans de rares cas, il peut s'avérer nécessaire de réanalyser des échantillons, ce qui sera alors communiqué directement à l'équipe d'AQ/CQ du client.

L'équipe assure une couverture 24h/24 et 7j/7 pour l'AQ/CQ ainsi que pour l'assistance client. Il existe un canal Slack #QC qui alerte le personnel en cas de lots ayant échoué aux contrôles d'AQ/CQ, ainsi qu'une adresse e-mail (support@chrysoscorp.com) et un portail web permettant de répondre aux différents besoins d'assistance.

6. Rapports d'AQ/CQ

Des rapports quotidiens, hebdomadaires et mensuels sont envoyés par e-mail et via Slack à 6h00, heure locale du client. Ces rapports fournissent au client un résumé des performances quotidiennes, hebdomadaires ou mensuelles, et offrent un compte rendu continu sur le rendement de l'unité.

Les rapports quotidiens présentent un résumé des lots, du nombre d'échantillons et du nombre d'étalons de contrôle analysés par l'unité ce jour-là, ainsi que les graphiques d'AQ/CQ pour chacun de ces étalons. Le rapport détaille également les bocal d'étalons de contrôle dont la date de retrait est imminente ou dépassée. Tout bocal d'étalon de contrôle dont la date de retrait est dépassée doit être retiré de la circulation et remplacé par un nouveau bocal.

Le rapport hebdomadaire fournit des informations plus précises pour chaque étalon, indiquant notamment si le rapport moyen pondéré hebdomadaire des éléments se situe à plus ou moins 2 écarts-types et à 1 % de la teneur attendue de l'étalon de contrôle. Les bocal individuels dont les teneurs moyennes se situent en dehors de ces limites sont surlignés en rouge. Ces étalons de contrôle sont représentés sur un graphique de contrôle afin d'illustrer la normalisation globale. Les Figures 2 et 3 illustrent des graphiques de contrôle typiques et générés automatiquement, respectivement pour un étalon de contrôle unique et pour plusieurs étalons de contrôle, sur différentes périodes.

Enfin, le rapport mensuel offre une vue d'ensemble des lots, du nombre d'échantillons et du nombre d'étalons de contrôle analysés par l'unité au cours du mois, et fournit des graphiques d'AQ/CQ pour chacun de ces étalons.

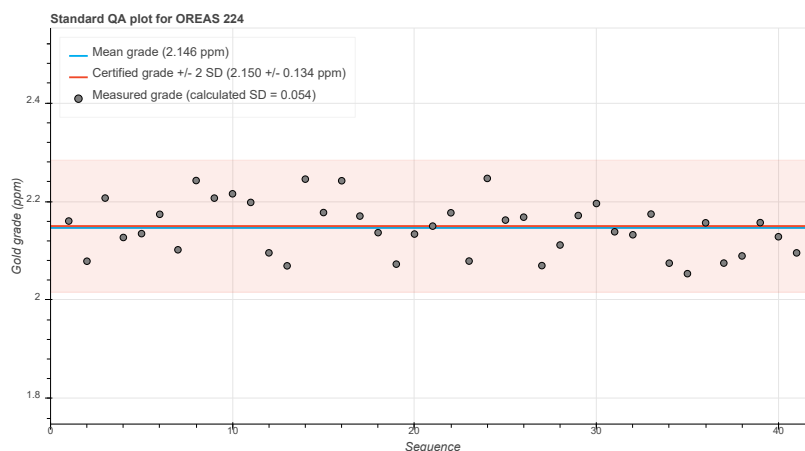


Figure 2. Exemple de graphique d'AQ/CQ, généré automatiquement pour un étalon de contrôle mesuré sur une période de 10 jours.

CRM RATIO PLOT:

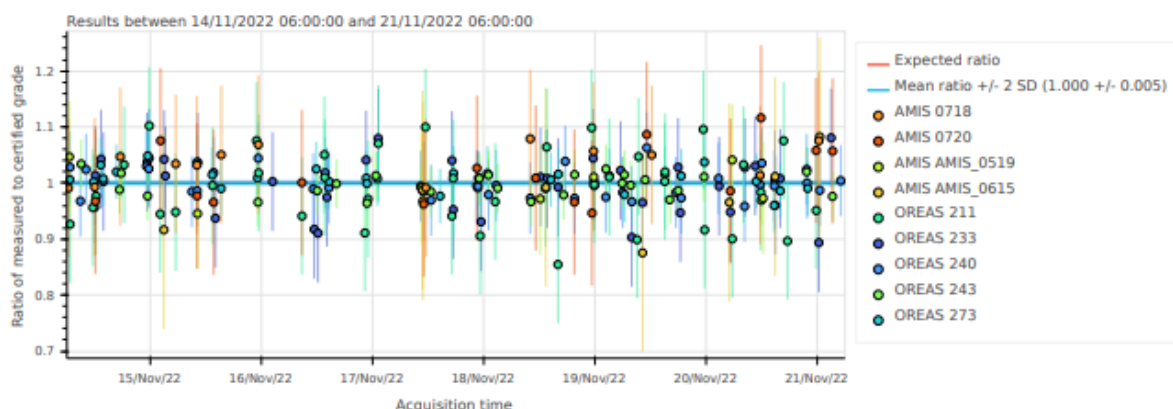


Figure 3. Exemple de graphique représentant le rapport de teneurs, généré automatiquement pour plusieurs étalons de contrôle sur une période d'une semaine.

7. Conclusion

La majorité des opérations quotidiennes d'AQ/CQ est gérée par le logiciel automatisé installé sur chaque unité PhotonAssay™, de nombreux contrôles étant effectués à chaque cycle de mesure afin de garantir une qualité constante des données. Les étalons de contrôle constituent un élément important du processus d'AQ/CQ. La sélection, l'utilisation et l'entretien des étalons de contrôle sont des aspects essentiels de ce processus d'AQ/CQ continu qui nécessite la participation du client. L'inclusion d'étalons homologués au taux recommandé de 5 % (1 étalon de contrôle pour 20 échantillons) garantira une qualité de données optimale, ainsi qu'une communication rapide et automatisée des résultats.

8. Références

Tickner et al., 2017. Improving the sensitivity and accuracy of gamma activation analysis for the rapid determination of gold in mineral ores. Applied Radiation and Isotopes 122 (2017) 28-36

