

---

# ASSURANCE ET CONTRÔLE DE LA QUALITÉ (QA/QC) EN EXPLORATION MINÉRALE : SYNTHÈSE ET ÉVALUATION DES USAGES

---

PROJET 2013-05

Par : Silvain Rafini  
2015



**CONSOREM**

Consortium de recherche  
en exploration minérale

---

## AVERTISSEMENT

---

Ce document présente certains résultats des travaux de recherche du CONSOREM (Consortium de Recherche en Exploration Minérale) rendus publics pour le bénéfice de l'ensemble de la communauté géologique, ceci après la période de confidentialité prévue aux règlements généraux du CONSOREM.

Bien que ce document ait subi un processus d'évaluation interne, des erreurs ou omissions peuvent s'y retrouver. Le CONSOREM ne peut être tenu responsable pour des décisions prises sur la base de ces résultats.

Le contenu du document demeure la propriété de son auteur et du CONSOREM et peut être reproduit en totalité ou en partie à des fins non-commerciales en citant la référence suivante :

*Rafini, S., 2015. Assurance et contrôle de la qualité (QA/QC) en exploration minérale : synthèse et évaluation des usages. Rapport, Projet CONSOREM 2013-05, 44 p.*

Toutefois, la reproduction multiple de ce document, en tout ou en partie, pour diffusion à des fins commerciales est interdite, sauf avec la permission écrite de CONSOREM.

## CONSOREM

Université du Québec à Chicoutimi  
555, boulevard de l'Université  
Chicoutimi, QC, G7H 2B1

Tél. : (418) 545-5011 poste 5634

Courriel : [consorem@uqac.ca](mailto:consorem@uqac.ca)

Site Web: [www.consorem.ca](http://www.consorem.ca)

---

## RÉSUMÉ

---

Le mandat de cette étude est de dresser un portrait des pratiques actuelles en matières de QA/QC, d'évaluer leur homogénéité, les tendances convergentes ou divergentes, d'investiguer la constance de leur qualité ainsi que les aspects bien contrôlés *versus* les lacunes persistantes, et enfin de proposer le besoin échéant certaines améliorations des usages. De ce fait, le projet prend la forme d'une méta-analyse du processus QA/QC utilisé par une sélection d'entreprises.

Une analyse géochimique fournie par le laboratoire est une estimation de la valeur véritable de la masse rocheuse échantillonnée. La qualité de cette estimation est affectée par plusieurs types d'erreur – erreur de justesse et erreur de précision – insérées aux étapes successives de la chaîne d'acquisition. Le contrôle de cette qualité, autrement dit de l'erreur potentielle globale associée à la valeur mesurée, ne peut être assuré que par l'insertion d'échantillons de contrôle utilisée de pair avec des méthodes de validation spécifiques. Elle revêt une importance majeure sinon critique puisqu'elle permet d'apprécier en bout de ligne la validité des interprétations, tant qualitatives (modèles géologiques) que quantitatives (estimation des ressources), dont découlent notamment l'évaluation du risque financier associé à une exploitation.

La pratique de programmes de contrôle et d'assurance de la qualité (QA/QC) est progressivement devenue chose commune depuis le début des années 2000 avec la formalisation de certaines exigences de la part des institutions (AMF, ICM), sous l'impulsion de l'affaire Bre-X. Toutefois, ces exigences demeurent d'ordre très général et portent exclusivement sur le résultat des programmes QA/QC, en laissant totalement libre leur nature, qui ne fait l'objet d'aucune standardisation et est établie au cas par cas selon l'expérience des praticiens et les recommandations des spécialistes consultants.

Cet exercice démontre que l'erreur de justesse des systèmes de mesure est toujours bien contrôlée, avec l'insertion systématique d'échantillons *blancs* et de standards dès les stades précoces de l'exploration. Les taux d'insertion pratiqués sont par contre très hétérogènes et ne sont pas indexés sur des caractéristiques du terrain ou du signal analysé. Ces échantillons de contrôle ont essentiellement pour vocation la surveillance du bon déroulement des procédures au laboratoire, et leurs taux dénotent donc un degré de confiance envers le laboratoire. Par contre, l'erreur de précision relève de la nature intrinsèque hétérogène du signal géologique et peut demeurer forte en dépit du bon déroulement des procédures au laboratoire. De manière assez préoccupante, un défaut majeur de contrôle de cette erreur de précision est mis en évidence, puisqu'une proportion considérable des protocoles investigués ne mentionnent pas l'usage de duplicatas, et ce même à des stades d'exploration avancés. Par ailleurs, lorsque des duplicatas sont insérés, les méthodes d'interprétation employées ne constituent généralement pas une détermination rigoureuse de l'erreur associée aux données. Ces résultats stipulent que, dans la plupart des cas, les praticiens n'ont, de fait, que peu de contrôle sur l'erreur de précision associée à leurs données.

Pourtant, si un contrôle appliqué de la justesse est nécessaire, il ne peut être suffisant : on mesurera alors avec fine justesse des valeurs erronées en amont par une imprécision non-contrôlée aux différentes étapes de préparation des échantillons.

Cette erreur de précision a été calculée dans plusieurs gîtes afin 1) d'évaluer son ampleur et la nécessité de la contrôler et 2) de documenter ses variations en fonction du contexte métallogénique. Il en ressort que l'erreur relative totale est très fortement conditionnée par la substance et le style gîtologique : elle est colossale pour des gîtes d'or filoniens (>80% dans plusieurs cas), moyenne (20 à 35%) pour des gîtes aurifères hydrothermaux magmatiques et faible (<12%) pour des gîtes aurifères volcanogènes, en remplacement, et pour des gîtes zincifères et cuprifères. En conclusion, la problématique est majeure mais concerne essentiellement les gîtes aurifères non-volcanogènes, ce qui en constitue la très large majorité. Ces conclusions sont corroborées par l'analyse des systèmes de mesures par la méthode Gage R&R, qui évalue leur adéquation vis-à-vis de la variabilité naturelle du signal recherché. Enfin, il est démontré que l'essentiel de l'erreur de précision est dans tous les cas insérée très tôt, au stade de l'échantillonnage primaire, tandis que les étapes situées en aval dans la chaîne d'acquisition de données

(séparation du rejet, séparation de la pulpe, analyse *sensu stricto*) ne constituent que des sources secondaires d'erreur. En moyenne, cette erreur primaire constitue pour Au 82,6% de l'erreur totale, 87% pour Ag et 70% pour Cu. Une stratégie efficace de réduction de l'erreur sera donc focalisée sur l'échantillonnage primaire.

Des méthodes sont décrites permettant l'estimation de l'erreur de précision associée aux systèmes de mesure, il est recommandé de généraliser leur usage. Par ailleurs il est recommandé de poursuivre des travaux plus approfondis afin 1) de mieux documenter la problématique de la précision des analyses en compilant davantage de cas réels issus de contextes métallogéniques variés, et 2) de développer une méthode robuste de calcul de l'erreur. Pour finir, il apparaît primordial de sensibiliser les praticiens sur l'impact des problèmes de précision et l'importance de bien les caractériser, par l'insertion systématique de duplicatas à toutes les étapes de séparation.

---

## TABLE DES MATIÈRES

---

Avertissement .....	ii
Résumé.....	iii
Table des matières .....	v
Liste des figures.....	vii
Liste des tableaux.....	viii
<b>1 Introduction</b> .....	<b>1</b>
1.1 Mise en contexte du projet.....	1
1.1.1 Objectifs .....	2
1.2 Définition du QA/QC.....	2
1.3 Enjeu du QA/QC et évolution durant la dernière décennie .....	3
<b>2 Les sources d'erreur et leur propagation dans la chaîne d'acquisition de données</b> ....	<b>4</b>
2.1 Nature des erreurs .....	4
2.1.1 Justesse .....	4
2.1.2 Précision.....	7
2.1.3 Erreur aberrante .....	7
2.2 Sources et propagation de l'erreur de justesse.....	7
2.3 Sources et propagation de l'erreur de précision .....	9
<b>3 Répertoire des usages</b> .....	<b>11</b>
3.1 Contrôle de l'erreur de justesse .....	11
3.1.1 Insertion et validation des blancs .....	11
3.1.2 Insertion et validation des standards.....	12
3.1.3 Actions de correction.....	16
3.2 Contrôle de l'erreur de précision .....	17
3.2.1 Insertion de duplicatas .....	17
3.2.2 Calcul de la précision .....	18
3.2.3 Méthode de Howarth & Thompson.....	21
3.2.4 Analyse séquentielle de la précision des systèmes de mesure .....	23
3.2.5 Actions de correction.....	24
3.3 Autres actions de contrôle répertoriées .....	25
3.4 Synthèse des taux d'insertion .....	27
3.4.1 Résultats .....	27
3.4.2 Interprétation .....	30
<b>4 Variation de l'erreur selon le contexte métallogénique</b> .....	<b>31</b>
4.1 Introduction .....	31

4.2	Hétérogénéité et facteur d'échelle .....	31
4.3	Calcul de l'erreur relative des gîtes.....	32
4.4	Comparaison de l'erreur relative de différents types de gîtes aurifères.....	32
4.5	Comparaison de l'erreur relative de différents types de gîtes de Zn et Cu.....	33
4.6	Seuils d'acceptabilité de l'erreur .....	34
4.7	Proportion de l'erreur primaire dans l'erreur totale.....	35
<b>5</b>	<b>Validation de l'adéquation d'un système de mesure eu égard à la variabilité naturelle du signal : Gage R&amp;R .....</b>	<b>36</b>
5.1	L'école Six-Sigma ou DMAIC.....	36
5.2	La méthode Gage R&R.....	36
5.3	Exemple : comparaison de la qualité de différentes méthodes classiques de l'environnement secondaire .....	37
5.4	Acceptabilité des systèmes de mesure de la teneur : compilation de gîtes.....	38
<b>6</b>	<b>Conclusions, recommandations .....</b>	<b>40</b>
	<b>Remerciements .....</b>	<b>42</b>
	<b>Références.....</b>	<b>43</b>

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1.</b>	Évolution des protocoles QA/QC entre 2003 et 2010 (source : Méndez, 2011). .....	4
<b>Figure 2.</b>	Illustration de la distinction de nature entre l'erreur de justesse et l'erreur de précision. ....	5
<b>Figure 3.</b>	Levés de sédiments de fonds de lacs en Basse-Côte-Nord, valeurs brutes interpolées (source MERN, Projet CONSOREM 2004-09). Les données ont été recueillies sur trois levés distincts identifiés par leurs numéros. Les lignes noires indiquent les limites géographiques de chacun des levés. ....	6
<b>Figure 4.</b>	Résultats d'une traverse d'humus levée deux fois à un mois d'intervalle (digestion aqua regia). Données Ressources d'Arianne Inc., propriété du lac H (Baie James). ....	6
<b>Figure 5.</b>	Sources, propagation et contrôle de l'erreur de justesse dans la chaîne d'acquisition de données. ....	8
<b>Figure 6.</b>	Sources, propagation et contrôle de l'erreur de précision dans la chaîne d'acquisition de données. ....	10
<b>Figure 7.</b>	Diagramme classique de validation des échantillons <i>blancs</i> . Voir texte pour discussion sur les seuils employés. ....	12
<b>Figure 8.</b>	Diagramme de validation des standards. Voir texte pour l'explication des seuils. ....	14
<b>Figure 9.</b>	Différents scénarios schématiques observables lors de la validation des standards. Les limites pointillées correspondent aux seuils $+2\sigma$ et $-2\sigma$ . Abzalov (2011). Voir texte pour discussion sur l'interprétation. ....	16
<b>Figure 10.</b>	Diagramme de corrélation des duplicatas et de leurs parents. ....	19
<b>Figure 11.</b>	Diagramme différence relative DR vs moyenne pour des valeurs de Cu (exemple réel). ....	20
<b>Figure 12.</b>	Illustration de la méthode de Howarth & Thompson (Thompson et Howarth, 1978). Les petits carrés sont les doublets individuels tandis que les gros carrés sont les valeurs moyennes et médianes respectivement de la différence et la moyenne de chaque doublet, après regroupement (voir texte). ....	22
<b>Figure 13.</b>	Diagramme de Howarth & Thompson, projet aurifère Discovery (Abitibi). Tiré de Horvath (2007), dans le rapport 43-101 publié en 2009 (Pelletier, 2009). ....	23
<b>Figure 14.</b>	Taux d'insertion répertoriés dans les protocoles des compagnies membres. Chaque couleur correspond à une compagnie. Certaines compagnies n'opérant pas dans des projets peu avancés ne sont pas comptabilisées dans l'histogramme de gauche, et réciproquement la compagnie n'opérant que dans des projets peu avancés n'est pas comptabilisée sur l'histogramme de droite. Pour comparaison, les taux recommandés par plusieurs consultants indépendants sont superposés. ....	29
<b>Figure 15.</b>	Comparaison entre les taux pratiqués par les membres et les taux moyens pratiqués dans l'industrie (d'après Bloom, 2012). ....	30
<b>Figure 16.</b>	Compilation des erreurs relatives, associées à des gîtes aurifères appartenant à différents contextes gîtologiques. Les seuils marqués d'un point d'interrogation correspondent aux seuils 10% et 25%. Sources : (1)	

Horvath (2007), (2) Stanley et Smees (2007). Les erreurs ont toutes été obtenues par la méthode Howarth & Thompson à l'exception des gîtes marqués d'une étoile. Pour ces gîtes, le postulat de linéarité de l'erreur (voir chapitre précédent) inhérent à cette méthode n'était pas respecté si bien que l'erreur a été dérivée par la moyenne des DRA. Notons que Stanley et Smees (2007) utilisent une version modifiée de la méthode H&T (Stanley, 2003). ..... 33

**Figure 17.** Compilation des erreurs relatives, associées à des gîtes de Zn et Cu appartenant à différents contextes gîtologiques. Sources : (1) Beaudry (2003), (2) Stanley et Smees (2007). Les erreurs ont toutes été obtenues par la méthode Howarth & Thompson à l'exception des gîtes marqués d'une étoile. Pour ces gîtes, le postulat de linéarité de l'erreur (voir chapitre précédent) inhérent à cette méthode n'était pas respecté si bien que l'erreur a été dérivée par la moyenne des DRA. Notons que Stanley et Smees (2007) utilisent une version modifiée de la méthode H&T (Stanley, 2003). ..... 34

**Figure 18.** Illustration des paramètres utilisés par le calcul Gage R&R..... 37

**Figure 19.** Comparaison des performances de différentes méthodes de géochimie de l'environnement secondaire par *Gage R&R*. Les lignes de contrôle rouge et jaune indiquent les seuils critiques standards d'acceptabilité (10% et 30%). Tiré de Beaudry, 2013b. .... 38

**Figure 20.** Comparaison de la performance des systèmes de mesure de Au, Ag, Cu, Zn, Pb, C et S dans différents gîtes par la méthode *Gage R&R*. Les lignes de contrôle rouge et jaune indiquent les seuils critiques standards d'acceptabilité (10% et 30%). Pour chaque cas, la forme du symbole traduit la substance mesurée tandis que sa couleur indique le numéro du gîte suivant la référence présentée à droite du diagramme. .... 39

---

## LISTE DES TABLEAUX

---

**Tableau 1.** Taux d'insertion répertoriés dans les protocoles des compagnies membres. ZM signifie que le pourcentage indiqué ne s'applique que dans les zones minéralisées. .... 27

**Tableau 2.** Erreur primaire vs erreur totale dans différents contextes métallogéniques. (1) Horvath (2007) ; (2) Stanley et Smees (2007) ; (3) Beaudry (2003).  $\sigma_r$   
 $E_{ch.} = (\text{erreur dup carotte}^2 - \text{erreur dup rejet}^2)^{0,5}$ ; \*\* Proportion erreur totale = 100 (erreur primaire<sup>2</sup> / erreur dup carotte<sup>2</sup>). .... 35

---

# 1 INTRODUCTION

---

## 1.1 Mise en contexte du projet

« *Toute mesure analytique est erronée ; il s'agit juste de déterminer l'ampleur de cette erreur et si elle est ou n'est pas acceptable* ». Cette citation de Michael Thompson, l'un des auteurs du fameux diagramme de Howarth & Thompson dont il sera largement fait mention dans cette étude, résume la problématique associée à la qualité des analyses en exploration minérale, et plus généralement en géologie quantitative.

Une analyse géochimique est l'aboutissement d'une série de manipulations, depuis l'échantillonnage primaire jusqu'à l'analyse *sensu-stricto*, que nous nommerons « chaîne d'acquisition de données ». Des erreurs de différentes natures sont insérées *en série* aux étapes successives de cette chaîne, de sorte que la valeur rendue sur le certificat du laboratoire n'est en réalité qu'une estimation de la vraie valeur. La qualité de cette estimation, autrement dit l'erreur potentielle qui lui est associée, n'est malheureusement pas fournie par les laboratoires. Son évaluation et son contrôle ne peuvent être assurés que par diverses actions supplémentaires posées parallèlement aux mesures routinières, et qui constituent le QC (*Quality Control*). On comprend que cette évaluation revêt une importance majeure sinon critique puisqu'elle permet d'apprécier en bout de ligne la validité des interprétations, tant qualitatives (modèles géologiques) que quantitatives (estimation des ressources), faites à partir des données. Sur le plan scientifique, il est vital de s'assurer que les variations critiques de concentrations sur la base desquelles sont édifiées des théories géochimiques, sont inférieures à l'erreur associée aux analyses. On ne peut en effet regrouper des « familles » de données que si l'on a fait la démonstration que les écarts moyens entre les « familles » obtenues sont significativement supérieurs à l'erreur associée aux valeurs. Ceci est particulièrement vrai lorsque l'on fait usage d'indices géochimiques, dont la qualité finale est inversement proportionnelle à la complexité, c.-à-d. au nombre de termes intervenant dans leur formule (voir section sur la propagation de l'incertitude). Dans la plupart des cas, ces aspects ne devraient pas être critiques en géochimie, toutefois les cas où ils le sont ne peuvent être identifiés que par un programme de QC. En exploration minérale par contre, la nécessité de contrôler la qualité des données est nettement plus évidente : il y va de la fiabilité de la définition des ressources et par conséquent de l'estimation du risque financier associé à leur exploitation.

Si, dans le passé, peu d'état était fait de ces aspects, les mentalités ont opéré un virage radical durant la deuxième moitié des années 90 sous l'impulsion de la supercherie menée par la compagnie minière Bre-X. En l'absence d'exigences formelles sur la traçabilité des analyses publiées, cette compagnie a pu annoncer en 1997 la découverte totalement fictive d'un gisement aurifère colossal en Indonésie, provoquant un engouement spéculatif fatalement suivi d'un effondrement sans précédent de la bourse de Vancouver. Au cours des années suivantes, les autorités canadiennes réagissent en imposant une série de mesures visant à protéger le marché et ses investisseurs de telles déclarations frauduleuses, dont les plus substantielles sont :

- Régulation de la profession de géologue et création des ordres professionnels provinciaux ;
- Création par l'Autorité des Marchés Financiers du règlement 43-101 – cousin des normes australienne JORC et sud-africaine SAMREC – qui fait encore autorité aujourd'hui, et dont la section *12.5 Data Verification* stipule une publication de la qualité des estimés déclarés ;
- Apparition du très juridique concept de « *Qualified Person* », obligation de nommer un individu responsable de la validité des déclarations ;
- Publication en 2003 par l'Institut Canadien des Mines (ICM), plus précisément du « Comité pour l'estimation des meilleures pratiques », des *Best Practice Guidelines*, une série de documents dans lesquels sont répertoriées les lignes de bonne conduite recommandées aux pratiquants

ainsi que des nombreuses définitions standardisées : réserve vs ressource, mesurées vs indiquées, etc.

Cette augmentation des exigences en matière de contrôle de la qualité des données a donc, depuis le début des années 2000, imposé une métamorphose profonde bien que très progressive des pratiques, avec l'apparition chez les pratiquants des programmes d'*Assurance de la Qualité / Contrôle de la Qualité* (QA/QC).

Si ces nouvelles exigences sont bien formelles, leur nature est pour sa part demeurée très informelle. En effet, les *Best Practice* de l'ICM stipulent que « *les procédures et pratiques employées dans un programme d'échantillonnage doivent être **appropriées** aux objectifs du programme* », qu'« *un programme de QC **approprié** au type d'échantillon et de minéralisation doit être réalisé* », mais la nature des actions posées et les moyens employés pour la validation des données demeurent à la discrétion des pratiquants. Ne sont spécifiés aucun taux d'insertion minima, aucune méthode de validation rigoureuse, aucun seuil pour estimer l'acceptabilité des données ; plus généralement, aucun critère strict et standard pour estimer le caractère **approprié** d'un programme de QA/QC. En résumé : les programmes QA/QC sont obligatoires mais leurs contenus totalement libres.

Dans ce contexte, les modalités des programmes QA/QC sont établies au sein des compagnies à travers l'expérience des pratiquants et les recommandations formulées par un nouveau bassin de spécialistes indépendants promulguant moult « recettes » dans le cadre d'ateliers et de formations accélérées, ainsi que des interventions ponctuelles aux étapes d'exploration avancées (audits, etc.). Cette absence de standardisation des pratiques et la variété des influences laissent présager une certaine variabilité des usages en matière de QA/QC.

### 1.1.1 Objectifs

Cette conjoncture a été jugée propice par les membres du CONSOREM pour réaliser une méta analyse sur le QA/QC, dresser un inventaire des pratiques courantes, une photographie approfondie du QA/QC en exploration minière en 2014. Une telle synthèse devra répertorier les usages des compagnies à travers la lecture de leurs protocoles, mais aussi passer en revue les recommandations des spécialistes opérant sur le marché. Outre l'intérêt évident que revêt l'établissement d'un tel inventaire sur le plan informatif, et en termes de classification et de regroupement des usages, il constitue en soi une préparation de terrain à l'établissement ultérieur et éventuel d'une norme QA/QC. Il permettra par ailleurs d'évaluer la nécessité d'une telle normalisation, en investiguant la variabilité et la cohérence des pratiques actuelles ainsi que leur homogénéité en termes de qualité. On cherchera donc à établir les tendances convergentes et divergentes des protocoles ainsi que les variations suivant les contextes (métallogénique, degré d'avancement des projets).

En allant plus loin, il s'agit aussi de déterminer les aspects bien contrôlés vs les lacunes persistantes des usages actuels. Évaluer l'efficacité des moyens couramment employés pour contrôler la qualité des analyses, et de fait évaluer la qualité globale des données – et par conséquent des interprétations – publiées. Un intérêt particulier sera porté à l'influence du contexte métallogénique (substance, gîtologie) sur ces aspects. Si des lacunes persistent, sont-elles généralisées ou inhérentes à certains contextes ? Pour finir, il s'agira de proposer des solutions afin de combler ces éventuelles lacunes, en proposant l'amélioration de certaines pratiques.

## 1.2 Définition du QA/QC

L'objectif d'un programme QA/QC est d'**estimer, contrôler et diminuer le risque associé à un système de données.**

### **QA (Quality Assurance)**

*Définition ICM : « All of those planned or systematic actions necessary to provide adequate confidence in the data collection and estimation process. »*

Conception d'un système de collecte et d'organisation de données adéquat pour l'usage prévu, procurant une bonne confiance dans la véracité des résultats finaux. Génériquement, fait référence à l'application des *Best Practices* recommandées par l'ICM.

### **QC (Quality Control)**

*Définition ICM : « The systems and mechanisms put in place to provide the Quality Assurance. The four steps of Quality Control include i) setting standards, ii) appraising performance, iii) acting when necessary, and iv) planning for improvements. »*

Contrôle de la qualité des mesures collectées, à travers des actions variées telles que l'insertion d'échantillons de contrôle dans les lots envoyés aux laboratoires, les audits de bases de données et de laboratoires, validation des données qualitatives (logs), estimation de l'incertitude sur les données interprétatives (géologiques), suivi des dérives temporelles des résultats, etc.

## **1.3 Enjeu du QA/QC et évolution durant la dernière décennie**

Globalement, le QA/QC constitue une **portion mineure des coûts** d'exploration ; tandis que le contrôle de l'erreur est un **enjeu majeur**. Le risque de sur-validation est donc peu dommageable en comparaison à celui d'une sous-validation.

Des **problèmes de ressources** reliés à une définition insuffisante ne sont pas rares à l'étape de l'exploitation. Une étude réalisée dans les années 90 concluait que ce type de problème survenait dans 50% des projets miniers. Cette étude était basée sur 16 projets situés essentiellement au Québec et répartis dans 12 compagnies (source : Beaudry, 2013a). Un exemple de tels problèmes dans les gîtes aurifères est la **surestimation des ressources** causée par la présence d'**or grossier** : l'incertitude des estimés inhérente à une faible reproductibilité des analyses est mal évaluée, par conséquent le minerai attendu n'est pas retrouvé lors du minage. Autre exemple : l'obligation d'exclure des campagnes antérieures du fait que ces campagnes ne suivaient pas un protocole QA/QC suffisamment rigoureux. Dans ce cas la compagnie se trouve dans l'obligation de réviser le tonnage à la baisse.

Il est important de noter que cette statistique de 50%, si elle peut être déjà obsolète, portait sur des gîtes de toutes substances confondues. Un pareil exercice focalisé sur des gîtes aurifères donnerait vraisemblablement un résultat plus élevé.

Enfin, deux audits récents réalisés indépendamment sur l'industrie de l'exploration par Méndez (2011) et Bloom (2012), avec compilation de nombreux rapports NI 43-101, convergent dans leurs conclusions sur le fait que les programmes exhaustifs de QC demeurent relativement peu fréquents. Les auteurs notent que l'intérêt des compagnies pour le QA/QC augmente mais qu'en pratique les modifications requises en termes de procédures et par conséquent de budgets sont encore mal reçues.

Pour finir, Méndez (2011) a étudié l'évolution des usages durant la dernière décennie en comparant deux séries de rapports NI 43-101 publiés respectivement entre 2003 et 2006 (26 projets) et entre 2007 et 2010 (46 projets). Les projets visés sont situés en Amérique du Sud et du Nord, en Afrique, en Asie et en Europe. Les protocoles QA/QC décrits dans ces rapports sont évalués suivant leur rigueur, et leur efficacité à contrôler l'erreur associée aux estimés. Les projets sont ensuite rangés en quatre catégories (**Figure 1**) :

1. QA/QC inexistant : absence de programme de contrôle de qualité ;

2. QA/QC inadéquat : qualité partiellement contrôlée avec insertion très limitée d'échantillons de contrôle, procédures non adaptées, les mesures correctrices ne sont pas prises ;
3. QA/QC acceptable : qualité partiellement contrôlée avec insertion raisonnable d'échantillons de contrôle et procédures optimisées ; certaines mesures correctrices sont prises ;
4. QA/QC excellent : qualité totalement contrôlée avec insertion exhaustive d'échantillons de contrôle et procédures optimisées, les mesures correctrices adéquates sont prises.

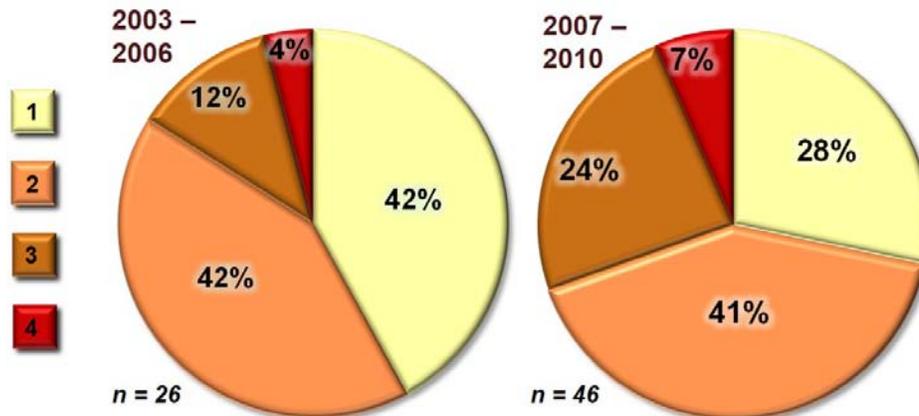


Figure 1. Évolution des protocoles QA/QC entre 2003 et 2010 (source : Méndez, 2011).

Cet exercice démontre très clairement que les pratiques ont augmenté en rigueur au cours de la dernière décennie : 31% des projets de 2007-2010 ont un protocole acceptable à excellent contre seulement 16% en 2003-2006, tandis que 28% n'ont aucun programme QA/QC contre 42% en 2003-2006.

## 2 LES SOURCES D'ERREUR ET LEUR PROPAGATION DANS LA CHAÎNE D'ACQUISITION DE DONNÉES

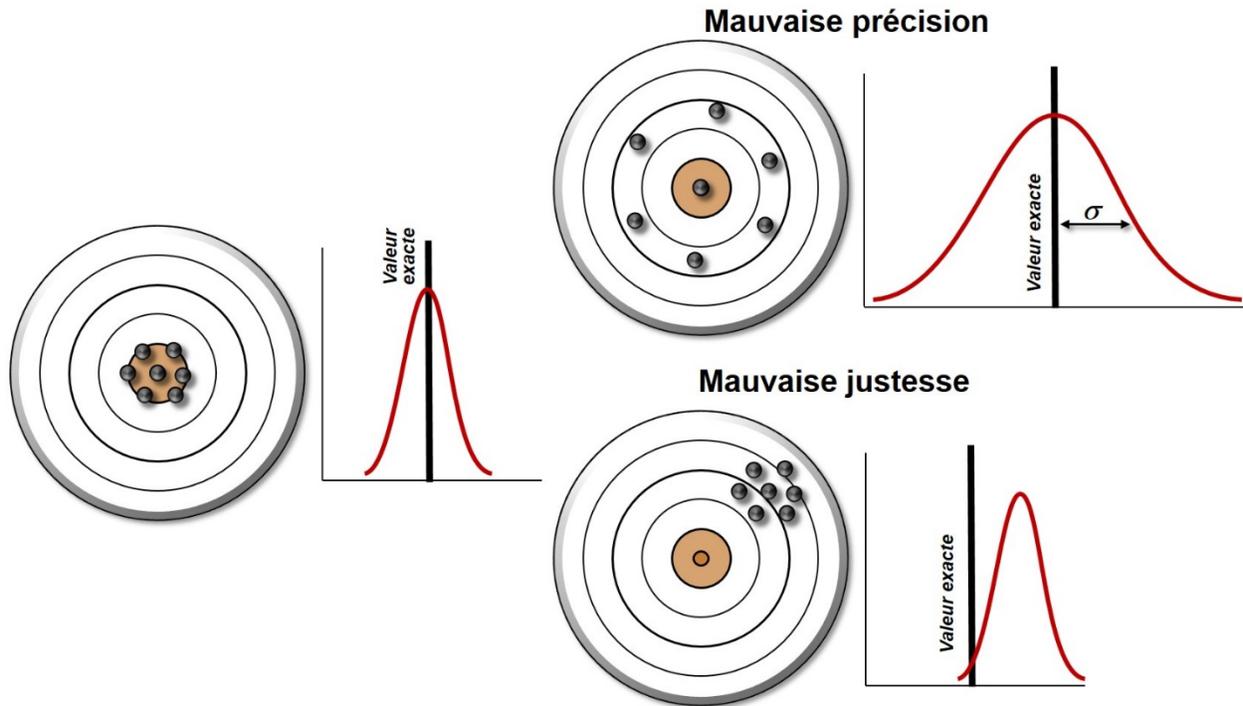
### 2.1 Nature des erreurs

L'erreur se décline en deux familles distinctes : erreurs de justesse et erreurs de précision.

#### 2.1.1 Justesse

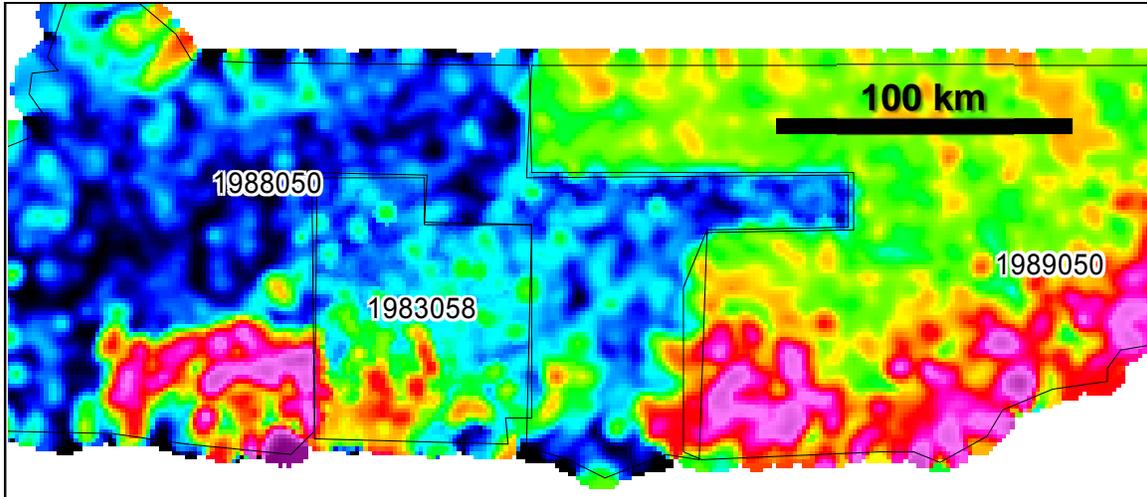
L'erreur de justesse (*accuracy*) se caractérise par un décalage entre la moyenne des mesures obtenues et un objectif connu (**Figure 2**). Sur le plan statistique, elle se rapproche de la notion de **moyenne**. On parle aussi de biais, et de calibration des procédures. Une erreur de justesse à l'étape de l'analyse peut être générée par une mauvaise calibration des instruments. Il s'agit d'une erreur systématique, ce qui signifie qu'elle a une distribution uniforme. Les sources typiques de ce type d'erreur sont la contamination, susceptible d'intervenir durant l'échantillonnage (ou transport, entreposage) ou la préparation (concassage et pulvérisation), le biaisage de l'échantillonnage causé par la ségrégation du matériel granulaire, un mauvais paramétrage du concasseur, les interférences au stade de la digestion

(effets de solution matricielle) ou de l'analyse, la dérive instrumentale, les erreurs humaines (analyste ayant une idée préconçue de la valeur d'un standard) ou tout simplement les conditions environnementales (p.ex., impact de la pluviométrie sur les concentrations métalliques du sol superficiel : levé de sédiments). Ces sources sont décrites plus loin en détail.



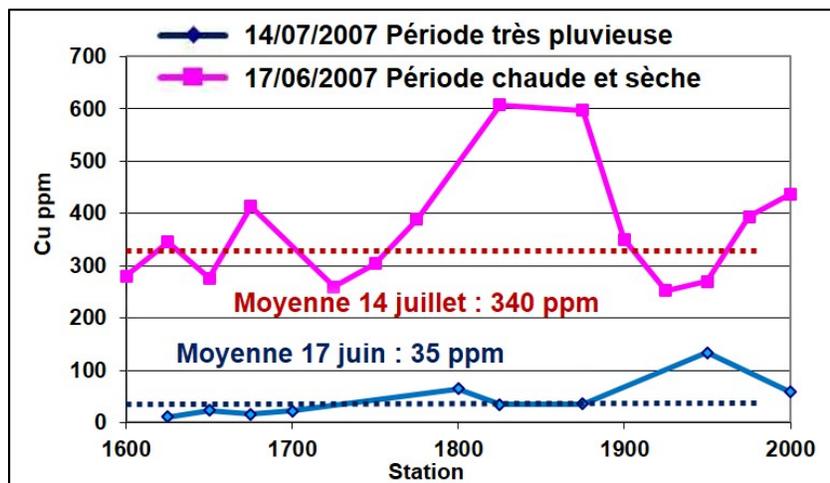
**Figure 2.** Illustration de la distinction de nature entre l'erreur de justesse et l'erreur de précision.

La **Figure 3** présente un exemple d'erreur de justesse particulièrement visuel. Il s'agit de levés de sédiments de fonds de lacs réalisés par le MERN à la fin des années 80 dans la région de la Basse-Côte-Nord. Le secteur est à la limite entre trois levés distincts. Une simple interpolation des valeurs brutes fait clairement apparaître des décalages importants aux limites des levés, en particulier entre les levés 1989050 et 1988050, traduisant un fort écart artificiel entre les niveaux de base. Ces écarts sont des erreurs de justesse, ils ne correspondent évidemment pas à une réalité géologique et sont exclusivement le fait de biais insérés lors de l'acquisition des données. En l'occurrence, il s'agit de biais liés à l'usage de différents protocoles de digestion (aqua-regia, HNO<sub>3</sub> ou multi-acide).



**Figure 3.** Levés de sédiments de fonds de lacs en Basse-Côte-Nord, valeurs brutes interpolées (source MERN, Projet CONSOREM 2004-09). Les données ont été recueillies sur trois levés distincts identifiés par leurs numéros. Les lignes noires indiquent les limites géographiques de chacun des levés.

Un autre exemple intéressant d'erreur de justesse est illustré par la **Figure 4**. Une même traverse a été réalisée deux fois afin d'évaluer la reproductibilité des analyses de sol (humus) par aqua-regia. Les deux traverses sont levées dans des conditions météorologiques drastiquement opposées ; c'est leur seul facteur divergeant. On voit clairement le biais lié à ce facteur sur les résultats obtenus : la moyenne des concentrations en cuivre varie d'un facteur 10 entre les deux levés. Ceci démontre un problème de justesse inséré au premier stade de la chaîne d'acquisition.



**Figure 4.** Résultats d'une traverse d'humus levée deux fois à un mois d'intervalle (digestion aqua regia). Données Ressources d'Arianne Inc., propriété du lac H (Baie James).

### 2.1.2 Précision

L'erreur de précision traduit la **dispersion** des mesures autour d'un objectif connu (**Figure 2**). Elle affecte la reproductibilité des analyses. Il s'agit d'une erreur aléatoire, de distribution typiquement normale (gaussienne). L'erreur de précision est un paramètre qui se rapproche de la notion statistique d'**écart-type**  $\sigma$ , parfois appelé déviation standard par anglicisme, et dont le carré correspond à la **variance**  $\sigma^2$ . On parle d'erreur relative, et d'**écart-type relatif**, lorsque  $\sigma$  est normalisé par la moyenne  $\mu$  de la population de données :

$$\sigma_r = \frac{\sigma}{\mu}$$

L'erreur relative s'établit donc sous forme d'une fraction de la valeur mesurée, souvent exprimée en pourcentage.

L'erreur instrumentale, bruit irréductible afférant à toute manipulation (fluctuation instrumentale) compte parmi les sources d'imprécision. Elle est causée entre autre par les subtils changements de tension, de température ou autres paramètres de l'environnement du laboratoire. Un échantillonnage imprécis (p.ex. pour les levés de sol) est aussi une source d'erreur de précision. Toutefois, les problèmes de représentativité des échantillons et sous-échantillons lors des étapes successives de séparation intervenant dans la chaîne d'acquisition de données en sont la source principale. Ces aspects sont développés plus en détail dans la section suivante.

Enfin, pour clarifier la sémantique : la *précision* est l'inverse de l'*imprécision*, qui est identique à l'*erreur de précision*, que l'on appelle plus génériquement l'*erreur* lorsque le propos ne laisse aucune confusion possible avec l'erreur de justesse (validation de la qualité de systèmes de mesures, etc., voir plus loin).

### 2.1.3 Erreur aberrante

Les erreurs aberrantes sont des valeurs échappant aux deux catégories décrites ci-dessus et ne respectant ni une distribution uniforme ni une distribution normale. Elles se caractérisent par des valeurs statistiquement inconcevables (*outliers*), produites généralement par des mauvaises manipulations d'origine humaine comme des fautes de saisie lors de l'entrée manuelle des analyses ou des numéros d'échantillons.

Ces erreurs sont donc faciles à identifier.

## 2.2 Sources et propagation de l'erreur de justesse

La **Figure 5** schématise les étapes successives de la chaîne d'acquisition de données, lors d'une campagne de forage ou de levé de surface. Suite à l'échantillonnage primaire, les échantillons sont entreposés et transportés aux laboratoires où ils seront par la suite 1) passés au **concasseur** (*crusher*), une portion du rejet obtenu sera alors 2) passée au **pulvérisateur**, une portion de la pulpe obtenue sera enfin 3) **digérée** en solution pour être ultimement insérée dans l'instrument analytique pour mesure de la concentration.

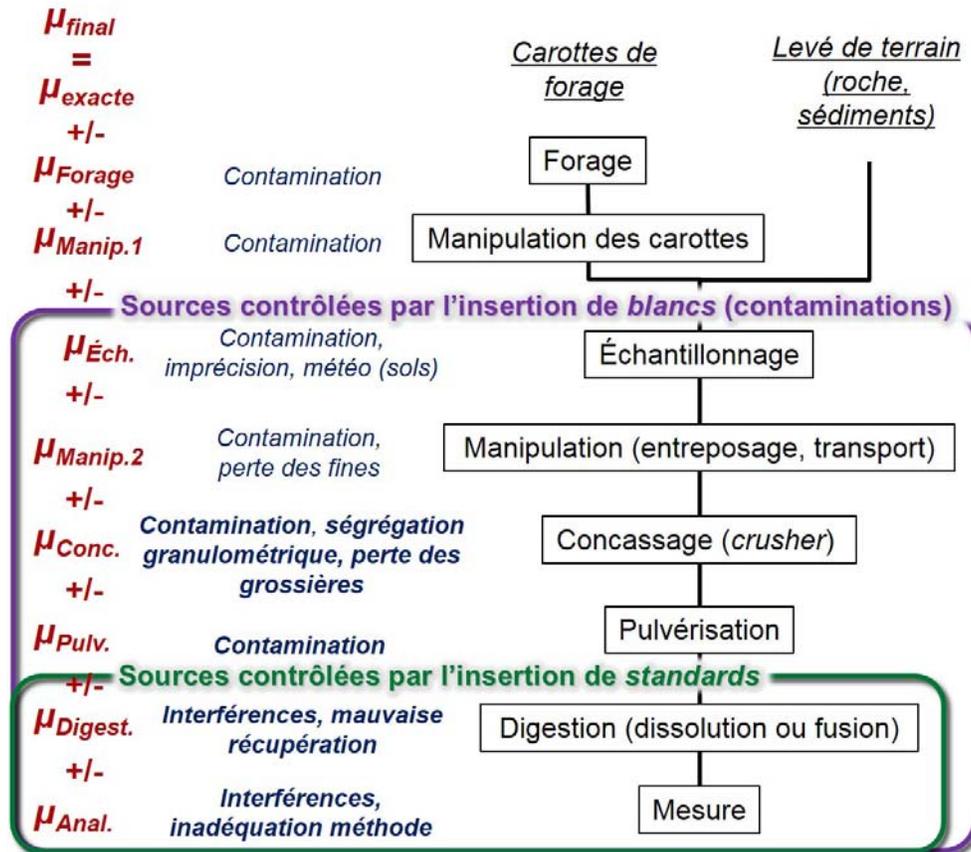
La **Figure 5** montre plusieurs exemples de sources potentielles d'erreur de justesse associées à chacune de ces étapes (liste non-exhaustive).

Ces erreurs de justesse, positives ou négatives, s'accumulent le long de la chaîne. Il est très spéculatif de penser que ces biais s'annuleront. Les exemples de biais négatifs potentiels sont : lessivage de l'or fin dans les eaux de lavage lors du sciage des carottes, ségrégation lors de la manipulation des matériaux

granulaires (sédiments), mauvaise récupération de l'or causée par une digestion partielle inadéquate. Les interférences chimiques au sein de la solution matricielle produisent, selon les cas, des biais positifs ou négatifs. On entend par interférence la modification de la concentration mesurée d'un élément induite par la présence d'un tiers élément dans l'échantillon. Une interférence résulte par exemple d'une compétition inter-cationique dans la solution (saturation des ligands ou des sites de fixation), ou encore de la neutralisation d'une digestion acide par  $Ca^{2+}$  si l'échantillon contient des carbonates. Elle peut aussi se produire directement dans l'instrument analytique.

L'exemple le plus notoire de biais positif est la contamination, au concasseur ou au pulvérisateur, par des résidus d'échantillons minéralisés passés précédemment. Ceci est causé par un nettoyage insuffisant des instruments, généralement par air comprimé et/ou passage d'un matériau neutre comme la silice. En pratique, il n'est pas rare que ce nettoyage soit inadapté, de sorte que ces contaminations constituent dans les faits la principale source d'erreur de justesse.

L'insertion d'échantillons *blancs* est précisément conçue pour contrôler ces contaminations (**Figure 5**). Les caractéristiques de ces échantillons *blancs* sont détaillées ultérieurement. En contrepartie, les échantillons standards ne surveillent que les étapes purement chimiques – digestion et analyse – puisque ceux-ci sont insérés directement sous forme de pulpe. Ils sont donc exclusivement consacrés au contrôle de la **justesse instrumentale**.



**Figure 5.** Sources, propagation et contrôle de l'erreur de justesse dans la chaîne d'acquisition de données.

### 2.3 Sources et propagation de l'erreur de précision

Une caractéristique spécifique de la variance est qu'elle est cumulative. Cela signifie que les variances successives s'additionnent :

$$\sigma^2 = \sum_i \sigma_i^2$$

Ceci est valable dans le calcul d'un indice interprété faisant intervenir plusieurs variables. Prenons l'exemple de l'indice Ishikawa  $AI = 100(K_2O + MgO)/(K_2O + MgO + CaO + Na_2O)$ . On voit que quatre variables entrent dans la détermination de AI. Si les erreurs relatives propres à chacune de ces variables sont (Spijker, 2005),  $K_2O$  : 0,48 % ;  $MgO$  : 1,84 % ;  $CaO$  : 3,78 % ;  $Na_2O$  : 0,97 %, l'erreur relative associée à l'indice AI est alors  $\sigma_{r AI} = (\sigma_{r K_2O}^2 + \sigma_{r MgO}^2 + \sigma_{r CaO}^2 + \sigma_{r Na_2O}^2)^{0,5} = 4,74$  %.

Ce principe de propagation se concrétise évidemment aussi dans la chaîne d'acquisition de données, tel qu'illustré par la **Figure 6**. L'imprécision totale attribuée à un **système de mesure** est l'accumulation des imprécisions insérées aux étapes successives de la chaîne d'acquisition de données. On appelle système de mesure l'ensemble des procédures intervenant dans cette chaîne. Le paramétrage d'un système de mesures porte donc tant sur le protocole d'échantillonnage (p.ex., profondeur des horizons de sol échantillonnés, longueur des échantillons de carottes, etc.) que sur le réglage du concasseur, l'instrument utilisé pour la séparation des pulpes (*rotary split* ou autre), les méthodes de digestion et d'analyse choisies, etc.

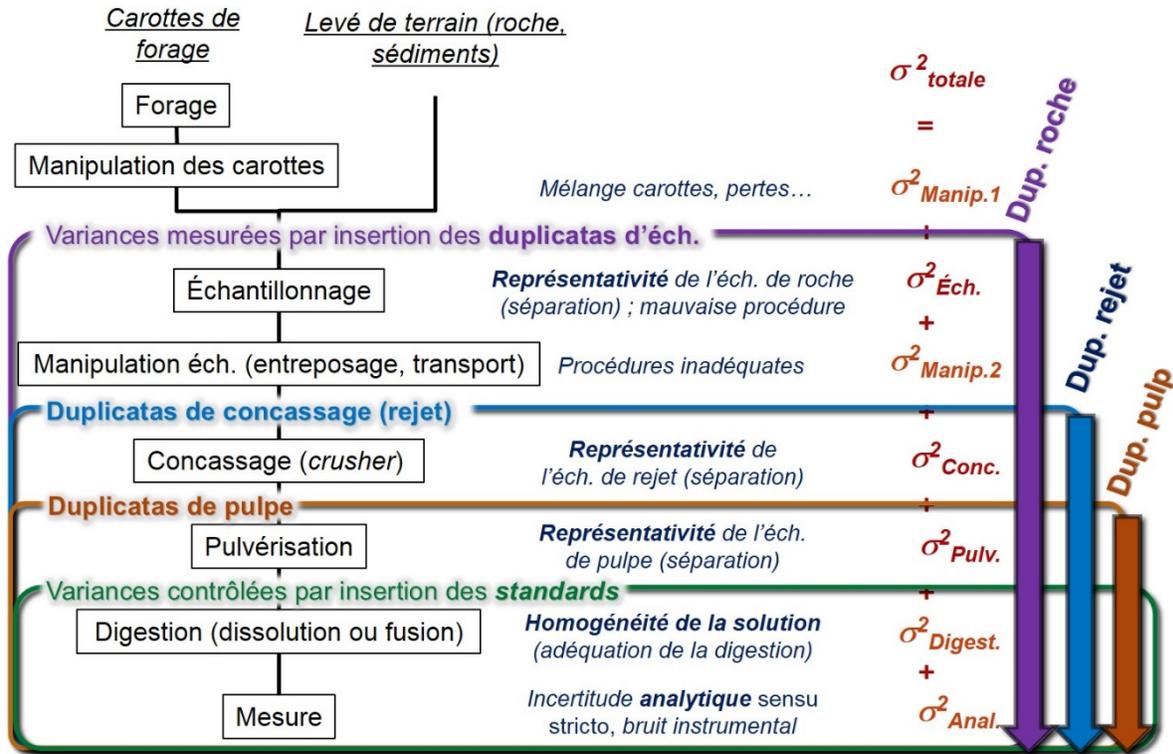
L'expérience montre que les sources d'imprécision les plus significatives sont les étapes successives de séparation de l'échantillon et des sous-échantillons. En effet, la question de la précision des analyses est directement inhérente à celle de la représentativité de ces (sous)-échantillons, et donc à celle de l'homogénéité de l'objet échantillonné : avec quelle fiabilité est-ce que cet objet peut être représenté par une petite portion de lui-même sélectionnée aléatoirement ? On distingue trois étapes de séparation dans la chaîne (**Figure 6**) :

- L'échantillonnage primaire, dont la représentativité est inhérente à l'**hétérogénéité primaire, naturelle**, du signal convoité. L'imprécision insérée à cette étape est  $\sigma_{Éch.}^2$  sur la **Figure 6**.
- L'échantillonnage du rejet en sortie du concasseur, dont la représentativité est inhérente aussi à l'homogénéité du rejet, affecté notamment par la qualité du concassage, la granulométrie des minéraux contenant le signal convoité et leur résistance à l'abrasion, la maille de passage, etc. L'imprécision insérée à cette étape est  $\sigma_{Conc.}^2$  sur la **Figure 6**.
- L'échantillonnage de la pulpe en sortie du pulvérisateur, dont la représentativité est inhérente à l'homogénéité de la pulpe. L'imprécision insérée à cette étape est  $\sigma_{Pulv.}^2$  sur la **Figure 6**.

L'imprécision du système de mesure est contrôlée par l'insertion en routine de duplicatas. On distingue trois types de duplicatas (**Figure 6**) :

1. Les **duplicatas de carotte**, qui permettent de contrôler l'erreur cumulée causée par  $\sigma_{Éch.}^2$ ,  $\sigma_{Conc.}^2$ ,  $\sigma_{Pulv.}^2$  ainsi que l'imprécision analytique ( $\sigma_{Digest.}^2 + \sigma_{Anal.}^2$ ) ;
2. Les **duplicatas de rejet**, qui permettent de contrôler l'erreur cumulée causée par  $\sigma_{Conc.}^2$ ,  $\sigma_{Pulv.}^2$  ainsi que l'imprécision analytique ( $\sigma_{Digest.}^2 + \sigma_{Anal.}^2$ ) ;
3. Les **duplicatas de pulpe**, qui permettent de contrôler l'erreur cumulée causée par  $\sigma_{Pulv.}^2$  et l'imprécision analytique ( $\sigma_{Digest.}^2 + \sigma_{Anal.}^2$ ).

Enfin, notons que l'imprécision analytique ( $\sigma^2_{Digest.} + \sigma^2_{Anal.}$ ) peut être contrôlée par l'insertion des standards. Elle est toutefois très inférieure aux trois autres et peut être en première approximation négligée.



**Figure 6.** Sources, propagation et contrôle de l'erreur de précision dans la chaîne d'acquisition de données.

Par conséquent, on peut écrire les équations suivantes :

$$\sigma^2_{Dup.Roche} = \sigma^2_{Ech.} + \sigma^2_{Conc.} + \sigma^2_{Pulv.}$$

$$\sigma^2_{Dup.Rejet} = \sigma^2_{Conc.} + \sigma^2_{Pulv.}$$

$$\sigma^2_{Dup.Pulpe} = \sigma^2_{Pulv.}$$

Ces équations s'appliquent aussi sur les variances relatives  $\sigma_r^2$ , de sorte que l'on peut déterminer  $\sigma_r^2_{Ech.}$ ,  $\sigma_r^2_{Conc.}$  et  $\sigma_r^2_{Pulv.}$  par la résolution de ce système de trois équations à trois inconnus (équations 1) :

$$\sigma_r Ech. = \sqrt{\sigma_r^2 Dup.Roche - \sigma_r^2 Dup.Rejet}$$

$$\sigma_r Conc. = \sqrt{\sigma_r^2 Dup.Rejet - \sigma_r^2 Dup.Pulpe}$$

$$\sigma_r \text{ Pulv.} = \sigma_r \text{ Dup.Pulpe}$$

---

### 3 RÉPERTOIRE DES USAGES

---

Le mandat principal de cette étude est de dresser un inventaire des pratiques courantes en matière de QA/QC en exploration minière. Pour ce faire, les protocoles internes des compagnies membres du CONSOREM ont été analysés, ainsi que ceux recommandés par plusieurs spécialistes opérant sur le marché de la consultation.

Le CONSOREM compte en 2013-2014 onze membres industriels. Parmi ces membres, trois travaillent exclusivement en exploration aurifère, trois combinent l'exploration aurifère et l'exploration de métaux de base, quatre explorent les métaux de base et/ou le graphite et/ou les terres rares, et un explore le phosphate. Par ailleurs, on compte six producteurs et cinq non-producteurs. Toutes les compagnies, à l'exception d'une, ont des projets avancés. Enfin, six des onze compagnies ont des projets peu avancés.

La distinction entre des projets avancés et peu avancés se situe au stade de la découverte. Suite à une découverte, une décision importante doit être prise quant à la poursuite ou non du projet en définition. À ce stade critique, la présence d'un gîte est reconnue. La poursuite en définition implique souvent une augmentation considérable des activités sur le projet. Les stratégies et les moyens employés pour circonscrire le corps minéralisé, comprendre sa géologie et rechercher ses extensions, divergent de ceux employés aux stades précédents pour établir la présence du gîte. Le protocole QA/QC sera donc adapté à ces nouveaux moyens et aux nouvelles exigences. Les stades ultérieurs seront ensuite caractérisés par la quantification des ressources et réserves, puis ultimement par l'étude de faisabilité d'un projet d'exploitation.

#### 3.1 Contrôle de l'erreur de justesse

##### 3.1.1 Insertion et validation des blancs

Les *blancs* sont des échantillons de concentration nulle (non-déTECTABLE) caractérisée. Leur insertion vise essentiellement à surveiller la **contamination** pendant la préparation de l'échantillon, qui peut survenir essentiellement au concasseur et au pulvérisateur suite à un nettoyage insuffisant des appareils. Dans ce cas, des échantillons minéralisés contaminent les échantillons suivants.

On utilise soit du matériel local ayant *a priori* une concentration dans l'élément visé sensiblement comparable à la concentration moyenne de la croûte (aucun enrichissement), soit du matériel commercial dont la concentration négligeable est davantage contrôlée. Le premier type de *blancs* laissera toujours un certain doute dans les cas où des concentrations non-négligeables seront obtenues et qu'aucune cause évidente ne sera trouvée : le blanc était-il un peu gris ? Il faudra alors ré-analyser le blanc avant de ré-analyser tout le lot (voir section sur les actions correctrices).

Dans la plupart des cas, on insère un blanc en début de lot pour contrôler le bon nettoyage du système, puis un au milieu du lot. À cela s'ajoute un blanc après chaque échantillon suspecté d'être minéralisé. Certains protocoles recommandent d'ajouter un blanc en fin de lot.

##### En pratique

L'insertion de blancs est pratiquée par toutes les compagnies considérées, dès les premiers stades d'exploration. Les taux d'insertion sont en revanche variables : 1% à 6,6% aux stades précoces ; 2,5% à 10,3% aux stades avancés.

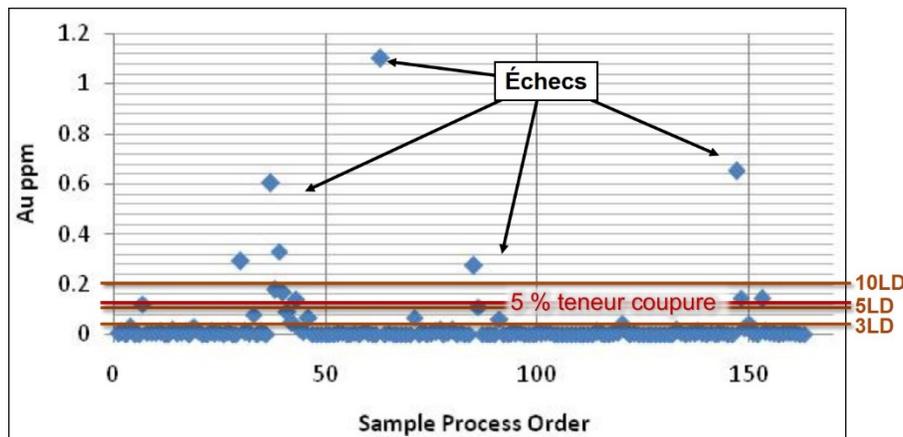
## Validation

La validation des blancs est réalisée en projetant simplement les valeurs obtenues, dans l'ordre d'apparition, sur un digramme binaire (**Figure 7**). Des lignes de contrôle correspondant à différents seuils d'acceptabilité sont superposées au digramme. Ceci autorise une détection rapide des échecs, autrement dit des échantillons contenant des concentrations supérieures aux seuils. Les valeurs de seuils utilisées par les pratiquants varient selon les protocoles. On trouve souvent les valeurs de 3LD (trois fois la limite de détection), de 5LD voire de 10LD, ou bien d'une fraction de la teneur de coupure (typiquement, 5 ou 10%).

Le seuil de 5LD est recommandé par Cook (2008) pour tout contexte. Le seuil de 10LD est généralement appliqué à des stades d'exploration avancés.

Les seuils employés ne sont pas justifiés dans les protocoles. Ils ne sont pas calculés selon un quelconque algorithme faisant intervenir la distribution normale des concentrations, mais sont établis intuitivement, par expérience. Ils sont donc probablement conservateurs dans la plupart des cas.

Par ailleurs, il semble évident que ces seuils devraient être adaptés 1) à la distribution normale *background* de l'élément considéré, et 2) au stade d'avancement du projet et aux exigences relatives. Pour le premier point, on comprend aisément que, la limite de détection n'étant liée à aucune propriété géochimique de l'élément, ni plus que la résolution analytique, indexer un seuil sur celle-ci ne se justifie pas géologiquement. Les seuils devraient être établis au cas par cas selon les concentrations moyennes des éléments dans la croûte terrestre, et adaptés ensuite aux paramètres purement analytiques (limite de détection, résolution analytique).



**Figure 7.** Diagramme classique de validation des échantillons *blancs*. Voir texte pour discussion sur les seuils employés.

### **3.1.2 Insertion et validation des standards**

L'insertion des standards vise à contrôler la justesse instrumentale, et notamment la bonne calibration des instruments. Les standards sont insérés directement sous la forme d'une pulpe homogénéisée.

L'insertion des standards est probablement l'action la plus primordiale du QA/QC, même si ce n'est pas celle dont on peut tirer le plus d'informations quant à la qualité du système de mesure. Bien que le règlement 43-101 n'impose formellement aucune modalité d'usage (voir section *Introduction*), un protocole d'insertion de standards est tacitement exigé dans les déclarations de ressources. Les standards revêtent un aspect critique puisqu'ils nous confirment que l'appareil utilisé pour mesurer les concentrations est bien réglé. En revanche, un appareil bien réglé est inutile si les procédures en amont

sont inadéquates : on mesurera alors avec justesse des valeurs erronées. Par ailleurs, les erreurs instrumentales, tant de justesse que de précision, insérées au stade de la mesure et donc contrôlées par les standards, sont en tout état de causes très faibles devant les erreurs insérées dans les procédures en amont.

Il est d'usage d'insérer au minimum un standard dans chaque lot d'échantillon du laboratoire : il faut alors se renseigner auprès du laboratoire pour connaître leurs modalités de lots et adapter le taux d'insertion minimum au nombre d'échantillons contenus dans ces lots.

Le choix des standards adaptés est un aspect très critique et d'une grande complexité. Pour procurer une estimation fiable de la justesse analytique, les standards doivent avoir le même type de matrice (i.e., minéraux constituants), les mêmes gammes de concentrations et autant que possible les mêmes spéciations métalliques que les échantillons analysés. Même gamme de concentration car le biais analytique peut ne pas être linéaire, et même type de matrice car les procédures de digestion et de mesure y sont souvent sensibles. Par exemple, l'efficacité du « Fire Assay » est affectée par les teneurs en sulfures, oxydes et carbone de l'échantillon (le flux doit être ajusté). Un standard contenant 40% de sulfures ne peut être utilisé pour estimer la justesse des analyses d'un lot d'échantillons minéralisés contenant autour de 1% de sulfures, même si la gamme de teneurs est adaptée.

Du fait de la non-linéarité du biais analytique, il est nécessaire d'utiliser plusieurs standards couvrant la gamme de teneurs des échantillons analysés (minimum trois : un pour la teneur de coupure, un pour la teneur moyenne et un pour les hautes teneurs).

On distingue les **standards certifiés (Certified Reference Materials, CRMs)** des **standards secondaires** encore appelés **standards internes**. Les CRMs sont des matériaux homogènes de concentration standard déterminée par la moyenne des analyses d'un grand nombre de laboratoires suivant un protocole de certification rigoureux (validation *round robin*). Les CRMs produits par les agences gouvernementales (CANMET, Ress. Nat. Canada, USGS, National Bureau of Standards (E.U)... ) sont très chers (1-2000 \$/kg) tandis que ceux produits par des laboratoires commerciaux sont typiquement vingt fois moins chers.

Les standards internes sont préparés par la compagnie à partir de matériel local. Ils constituent une alternative partielle aux CRMs. Le processus de certification des standards internes est relativement long (4 à 6 semaines), mais en revanche peu coûteux (80 à 100 \$/kg). Il consiste à préparer des pulpes avec les roches locales couvrant plusieurs gammes de concentration et à les envoyer à au moins cinq laboratoires différents pour déterminer une moyenne fiable (méthode *Round Robin*). Ce type de standard permet de maintenir un niveau de base constant dans le temps, au sein d'une campagne et entre des campagnes successives. La quantification exacte de leur teneur est moins critique s'ils sont utilisés en alternance avec les CRMs. Les standards internes, moins chers, sont insérés plus fréquemment, et alternés à intervalles réguliers avec des CRMs.

Outre l'aspect financier, l'avantage considérable des standards internes est qu'ils ont le même type de matériel que les échantillons analysés (*matrix-matched*). Ils sont donc plus représentatifs que les CRMs.

Une règle du pouce permettant d'évaluer l'adéquation d'un standard à une population d'échantillons est la suivante : 95 à 99% des échantillons doivent être inclus dans l'intervalle  $[\mu - 5\%, \mu + 5\%]$ .

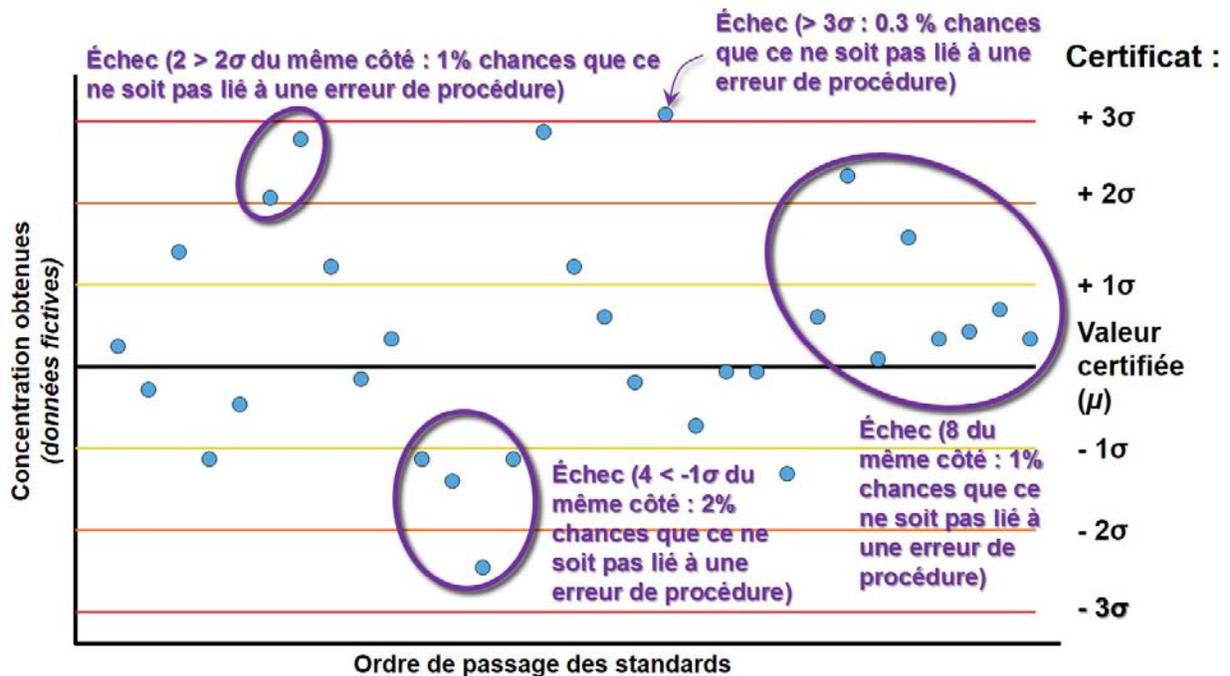
### En pratique

L'insertion de standards est pratiquée par toutes les compagnies, systématiquement, et dès les premiers stades d'exploration. En revanche, les taux sont variables : de 1% à 3,3% aux stades précoces et de 2,5% à 10,3% aux stades avancés. Les compagnies considérées utilisent de trois à sept standards différents, dont 0 à 50% de standards internes.

Validation

En premier lieu, la validation des standards est effectuée par un simple diagramme des valeurs obtenues projetées dans l'ordre d'apparition (**Figure 8**). De façon analogue à la validation des blancs montrée précédemment, des lignes de contrôle indiquant les seuils sont superposées au diagramme. Ces seuils correspondent aux spécifications statistiques du standard : moyenne  $\mu$  et écart-type  $\sigma$ .

Les seuils employés sont relativement plus homogènes que dans le cas des blancs. Ils sont indexés sur la probabilité selon laquelle une valeur est, ou n'est pas, statistiquement normale suivant une distribution gaussienne parfaite. Dans une telle distribution, l'intervalle  $[\mu - 3\sigma, \mu + 3\sigma]$ , que l'on appellera plus simplement intervalle  $\pm 3\sigma$ , contient 99,7% des échantillons. Une valeur située en dehors de cet intervalle a donc 0,3% de chances de ne pas être causée par une erreur de procédure. De façon analogue, l'intervalle  $[\mu - 2\sigma, \mu + 2\sigma]$  (intervalle  $\pm 2\sigma$ ) contient environ 95% des échantillons si bien qu'une valeur située en dehors a 5% de chances de ne pas être causée par une erreur de procédure. Cette probabilité est considérée trop haute pour que ces échantillons soient systématiquement considérés comme des échecs. On réanalyserait en effet « pour rien » 1 lot sur 20. En revanche, la probabilité tombe à 1% lorsque deux standards consécutifs sont situés en dehors de l'intervalle  $\pm 2\sigma$  du même côté. Deux échantillons consécutifs sont donc considérés comme des échecs. De façon assez universelle, ces deux derniers critères sont employés (**Figure 8**). Toutefois, suivant la même logique, certains protocoles utilisent des critères plus avancés : quatre standards successifs en dehors de l'intervalle  $\pm 1\sigma$  du même côté (probabilité normale 2%), et huit standards successifs du même côté (probabilité normale 1%). Ces critères correspondent à des protocoles industriels standards utilisés par la Western Electric Company.



**Figure 8.** Diagramme de validation des standards. Voir texte pour l'explication des seuils.

La **Figure 9** illustre plusieurs scénarios courants pouvant être observés sur les diagrammes de validation des standards, dont les interprétations classiques sont les suivantes (Abzalov, 2011) :

Le diagramme 9A schématise le cas d'une distribution normale, dans laquelle 95% des points sont dans l'intervalle  $\pm 2\sigma$ , ce qui traduit globalement une **très bonne justesse des analyses**. Il est important de vérifier toutefois que l'on trouve le même nombre de points de chaque côté de la moyenne.

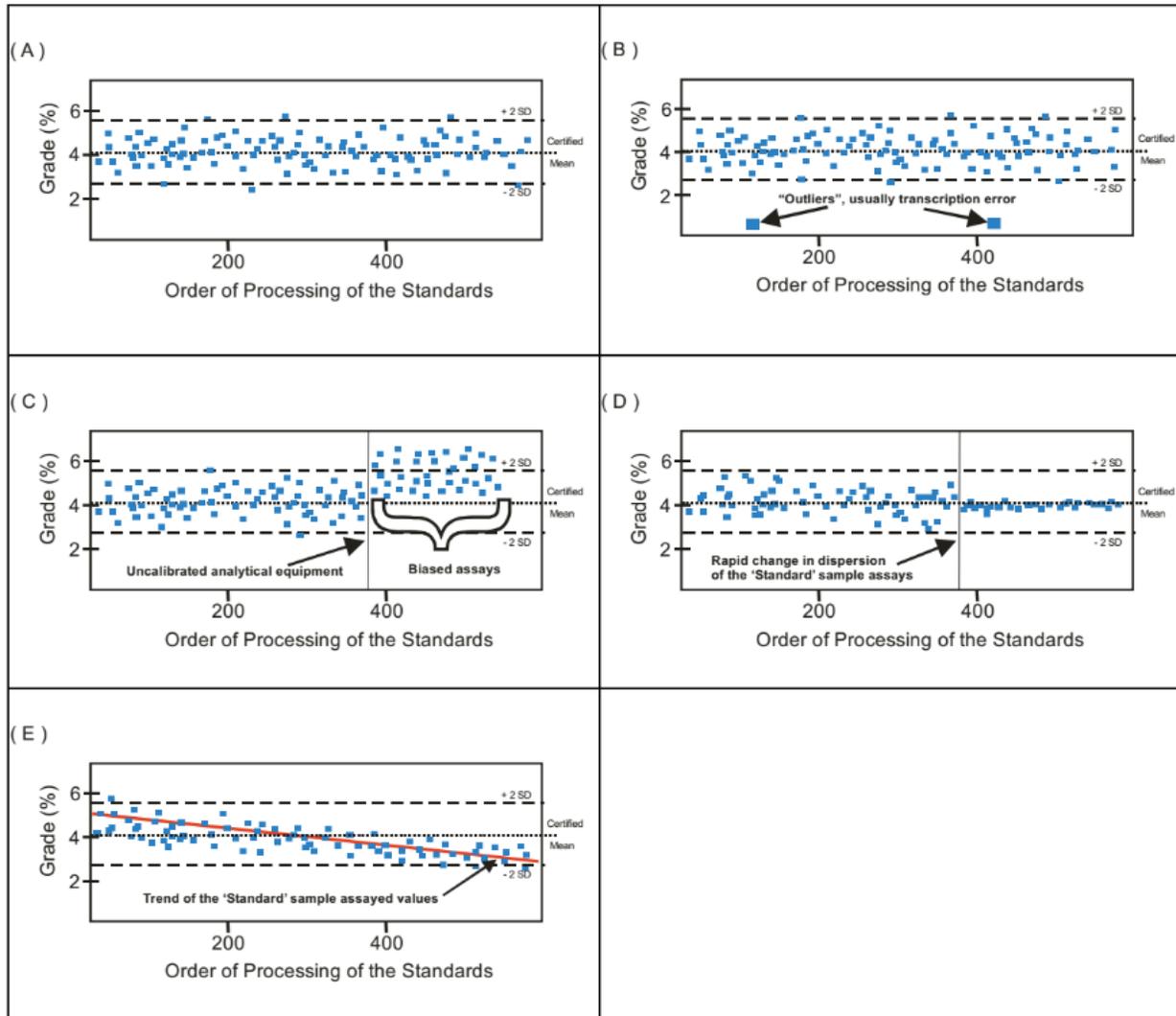
Lorsque les résultats diffèrent de ce type de distribution, il est probable que des problèmes de procédure soient survenus. Il peut alors s'agir d'un des cas suivants.

La figure 9B montre le cas d'erreurs aberrantes, indiquant vraisemblablement des problèmes de transcription d'origine humaine (permutation d'échantillons). Ceci n'indique pas de biais analytique mais une **faible qualité de gestion des procédures** et suggère par conséquent une certaine fréquence d'erreurs aléatoires dans la base de données.

La figure 9C schématise le scénario très plausible d'un biais analytique causé par une **mauvaise calibration des instruments** de mesure, survenant après un changement des procédures analytiques au laboratoire.

Le cas 9D montre une amélioration nette et subite de la précision des résultats. Ceci est communément interprété comme une falsification des analyses ou suggère que les standards ont été reconnus par le personnel du laboratoire et traités avec un soin particulier. Ces résultats ne peuvent donc pas être utilisés pour confirmer l'absence de biais analytique.

Enfin, le cas 9E montre l'alignement des valeurs sur une droite de pente non-nulle, indiquant un biais analytique croissant dans le temps. Ceci est typiquement produit par la dérive instrumentale, c.-à-d. le dérèglement progressif des instruments au cours d'une session de mesure, causée le plus souvent par le fonctionnement même des machines, par des changements environnementaux (température ambiante, etc.)... Une autre interprétation est la dégradation temporelle de la qualité des standards. Des cas ont en effet été rapportés (Abzalov, 2011) où les valeurs des standards s'éloignaient progressivement de leur valeur certifiée du fait que ces derniers étaient conservés dans des grandes chaudières entreposées non à l'abri de la vibration des équipements. Une ségrégation mécanique se produisait alors évidemment dans les chaudières, de sorte que les standards récupérés n'étaient plus homogènes.



**Figure 9.** Différents scénarios schématisés observables lors de la validation des standards. Les limites pointillées correspondent aux seuils  $+2\sigma$  et  $-2\sigma$ . Abzalov (2011). Voir texte pour discussion sur l'interprétation.

Pour finir, une méthode intéressante non approfondie ici consiste à projeter sur l'axe Oy non pas la valeur obtenue mais le cumulatif des valeurs obtenues. En l'absence de biais analytique, celui-ci devrait osciller légèrement autour de la moyenne. Ce type de projection permet de visualiser des erreurs de justesse subtiles mais bien réelles, manifestées par l'alignement de plusieurs points consécutifs sur des pentes non-nulles.

### 3.1.3 Actions de correction

Les actions présentées ci-dessous sont tirées des protocoles des compagnies membres et des recommandations de spécialistes consultants. Cette liste n'est évidemment pas exhaustive.

En cas d'échec de standards : vérifier la possibilité d'une erreur de numérotation des standards (erreurs très fréquentes) en contrôlant la cohérence éventuelle avec les valeurs certifiées des autres standards utilisés sur le projet.

En cas d'échec de blancs : vérifier si les échantillons précédents sont minéralisés voire à haute teneur. Le cas échéant démontre un problème de contamination, le laboratoire doit alors modifier ses procédures de nettoyage des instruments (concasseur et pulvérisateur).

Si dans un même lot plusieurs échantillons de contrôle de différentes natures sont invalides (standards, blancs et duplicatas), alors la cause est très probablement un mélange d'échantillons (décalage, permutation). Identifier les échantillons permutés et rectifier les résultats.

Si plusieurs blancs ou standards successifs sont en échec et aucune cause évidente n'est trouvée : ré-analyser tous les lots correspondants (incluant les échantillons de contrôle) ou au minimum les 10 échantillons précédents et les 10 échantillons subséquents aux échantillons de contrôle erronés. Ensuite, si les valeurs obtenues en ré-analyse divergent des valeurs originales alors le laboratoire doit fournir une explication et modifier ses procédures, et les nouvelles valeurs sont intégrées dans la base de données.

En toute circonstance, on conservera un enregistrement des résultats obtenus et des mesures prises.

## 3.2 Contrôle de l'erreur de précision

Le contrôle de la précision d'un système de mesure est assuré par l'insertion de duplicatas. **Un nombre minimum de doublets (duplicata, parent) est requis** pour procurer une estimation fiable de cette précision. Les recommandations des spécialistes ne sont pas unanimes sur ce nombre, qui serait compris entre 50 et 100. Toutefois, pour l'estimation de la précision par la méthode classique de Howarth & Thompson décrite plus bas, 64 doublets sont nécessaires. Ce nombre augmente lorsque les doublets contiennent beaucoup de valeurs proches de la limite de détection et que par conséquent leur résolution diminue (les valeurs s'alignent sur des paliers, la distribution n'est plus continue mais discrète). En effet, il est nécessaire pour une bonne estimation de la précision globale de disposer de doublets dont les écarts (parent - duplicata) soient significatifs et donc supérieurs à la résolution analytique. Pour fixer les idées, il est souvent nécessaire d'éliminer les doublets dont l'une ou l'autre des analyses est inférieure à 10 fois la limite de détection.

Si l'on considère un taux d'insertion moyen de 5%, 50 duplicatas sont obtenus après analyse de 1000 échantillons. Par conséquent, la précision est typiquement estimée soit à un stade avancé de la campagne d'échantillonnage, soit en fin de campagne.

### 3.2.1 Insertion de duplicatas

Nous avons vu, dans la section consacrée aux sources d'erreurs, que l'imprécision est causée essentiellement par des **problèmes de représentativité** des (sous)échantillons, autrement dit par l'hétérogénéité de la roche, du rejet et de la pulpe. Il est donc recommandé d'insérer des duplicatas à chaque étape de séparation de la chaîne d'acquisition de données, c'est-à-dire 1) lors de l'échantillonnage de la roche (ou carotte, sédiment), il s'agit alors de duplicatas de roche, 2) lors de la séparation du rejet, il s'agit alors de duplicatas de rejet et 3) lors de la séparation de la pulpe, il s'agit alors de duplicatas de pulpe.

Notons que les duplicatas de rejet et de pulpe sont inclus dans les programmes QA/QC interne de la plupart des laboratoires, en particulier des laboratoires ayant la certification ISO (*ISO 9001 : 2008, Systèmes de management de la qualité* ; ou *ISO 17025 : 2005, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*). Les résultats ne sont pas systématiquement

transmis et il est de l'intérêt des pratiquants de les réclamer. Certaines compagnies font le choix de ne pas se rendre tributaires des protocoles internes des laboratoires et demandent leurs propres duplicatas de rejets et pulpes en insérant des sacs d'échantillons vides étiquetés. Le laboratoire les reconnaîtra et insérera les duplicatas durant la manipulation.

Les duplicatas de carottes de forage sont problématiques puisque, une moitié de la carotte étant déjà envoyée pour l'analyse, l'envoi de la deuxième moitié pour duplicata implique de se départir de la totalité de la carotte. Ceci génère une certaine réticence chez les pratiquants, qui préfèrent à raison conserver une partie du matériel brut. Une alternative courante est alors de couper la carotte en quatre (*4 split*). Cette pratique est toutefois fortement déconseillée car diminuer la taille du duplicata revient à diminuer sa représentativité. L'erreur obtenue ne sera pas représentative de l'erreur du système de mesure ! Elle sera fortement surestimée. Il est préférable de prendre l'intégralité de la 2<sup>ème</sup> moitié de la carotte, malgré les inconvénients que cela puissent engendrer.

Lors des levés de surface (sédiment, roche), il est recommandé de prendre deux échantillons le plus près possible l'un de l'autre.

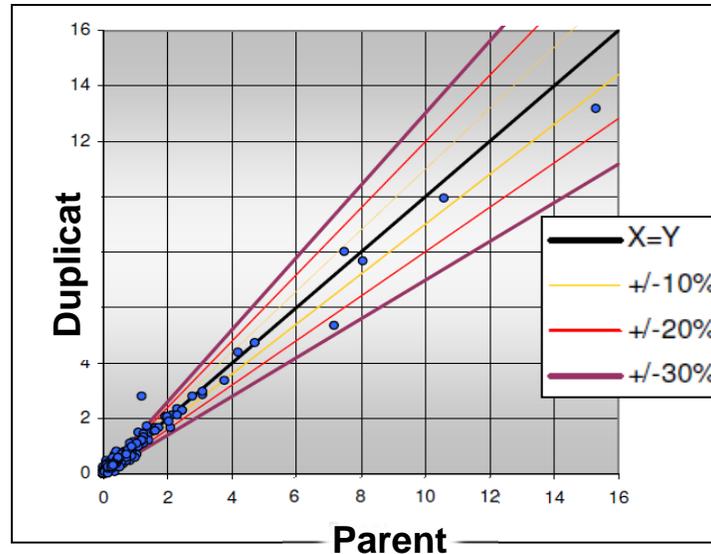
### En pratique

L'insertion de duplicatas est une pratique très hétérogène : relativement fréquente mais loin d'être généralisée, à la différence de l'insertion de blancs et de standards. Elle est extrêmement rare aux premiers stades d'exploration (*Grass root*, génération de projets, reconnaissance régionale). L'insertion de duplicatas de roche est relativement plus fréquente aux stades avancés, et est combinée parfois à l'insertion des duplicatas de rejet et de pulpe.

### **3.2.2 Calcul de la précision**

La validation des duplicatas consiste en l'estimation de la précision (c.-à-d., de l'erreur de précision) du système de mesure. Il ne s'agit pas d'une validation en continu des procédures, analogue à celle des blancs et des standards. Il est davantage question ici d'évaluer la validité globale de l'ensemble des procédures constituant le système de mesure, et leur adéquation aux contextes métallogénique et d'exploration.

Le diagramme le plus couramment utilisé est un simple diagramme binaire dans lequel sont projetés les parents vs les duplicatas (**Figure 10**). Ce diagramme ne présente pas vraiment d'intérêt et, en outre, le coefficient de corrélation obtenu ne constitue pas en soi une estimation de l'erreur. On trouve parfois le même type de diagramme, mais avec les valeurs passées en rangs centiles (diagrammes Q-Q, quantile-quantile). Ces diagrammes ne présentent pas plus d'intérêt.



**Figure 10.** Diagramme de corrélation des duplicatas et de leurs parents.

Le calcul de la précision est établi par l'analyse statistique des écarts entre les parents et les duplicatas dans la population de doublets. Les paramètres Différence Relative (DR) et Différence Relative Absolue (DRA) se définissent comme suit :

$$DR = 100 \times \frac{(dup - parent)}{(dup + parent)/2}$$

$$DRM = 100 \times \frac{|dup - parent|}{(dup + parent)/2}$$

En première approximation, la **moyenne des DRA pour l'ensemble des doublets procure une estimation de l'erreur de précision associée au système de mesure**. Il est capital de prendre la moyenne des DRA et non la moyenne des DR puisque cette dernière converge naturellement vers zéro et ne correspond en aucun cas à l'erreur de précision, qu'elle évaluera largement à la baisse. Notons que les paramètres classiques ARD et HARD ((Half) Absolute Relative Difference) sont équivalents au DR et DRA à un facteur 2 près. Un autre terme courant est le coefficient de variation (CV), aussi sensiblement équivalent au DRA (Abzalov, 2011) :

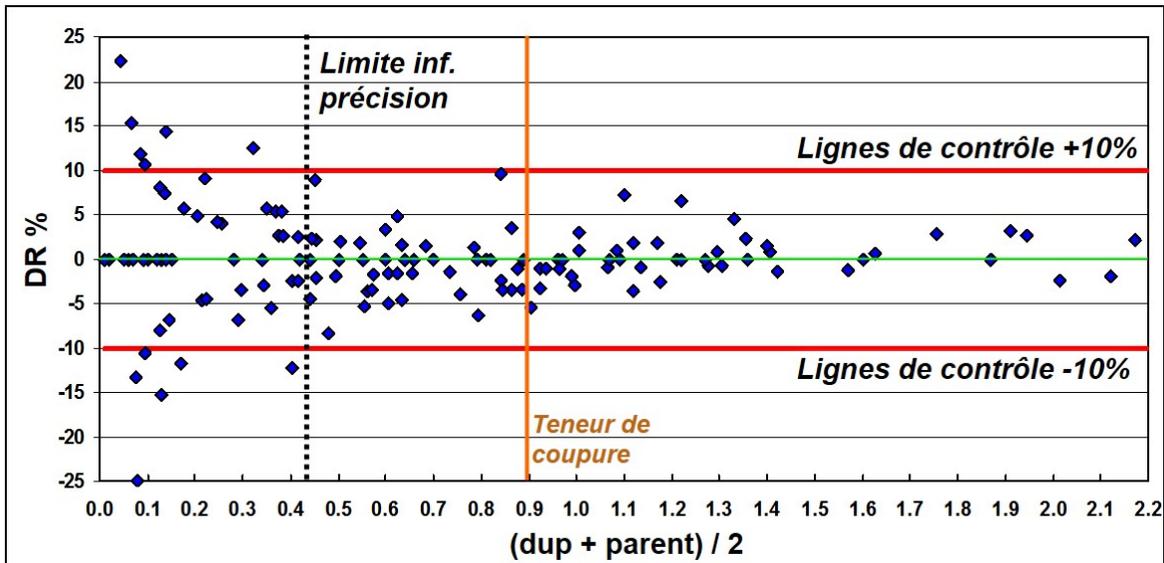
$$DRA = CV \times \sqrt{2} = HARD/2$$

L'usage combiné de duplicatas de roche, de rejet et de pulpe permettra une **estimation séquentielle de l'erreur** et par conséquent d'identifier les étapes à améliorer, étapes auxquelles sont associées les principales sources d'erreur.

L'estimation de l'erreur procurée par la moyenne des DRA est toutefois approximative et, dans une certaine mesure, elle-même erronée. La raison est que cette erreur, cette différence relative entre les duplicatas et leurs parents, varie avec la concentration. Ceci est connu depuis les années 70, notamment avec les travaux de Thompson et Howarth (1978). L'étude de l'évolution de l'erreur relative avec la concentration est au centre de la problématique de l'estimation de la précision des systèmes de mesures, et fait l'objet de recherches actives depuis quatre décennies. Les diagrammes permettant de visualiser

cette relation sont simplement des diagrammes binaires de la DR ou DRA vs la concentration moyenne du doublet.

Un exemple en est donné à la **Figure 11**, qui montre une augmentation très claire de l'erreur relative dans les faibles valeurs, en s'approchant de la limite de détection (LD). Ce comportement sera expliqué plus bas dans la section consacrée à la méthode de Howarth & Thompson. Notons qu'il s'agit entre autres de limitations purement analytiques puisque la précision des appareils de mesure diminue typiquement en s'approchant de la LD, de même qu'elle diminue dans les très hautes valeurs. La qualité analytique (tant en précision qu'en justesse, calibration) est en effet optimale sur une certaine gamme de concentration en dehors de laquelle elle diminue de part et d'autre.



**Figure 11.** Diagramme différence relative DR vs moyenne pour des valeurs de Cu (exemple réel).

Il est donc d'usage courant par les spécialistes de ne considérer pour l'estimation de l'erreur relative globale qu'une sélection ciblée des doublets, située au-dessus d'un certain seuil qui sera fixé au cas par cas (ligne pointillée sur la **Figure 11**). Un seuil plus conservateur est la teneur de coupure (**Figure 11**), il est justifié sur le plan économique puisque l'erreur obtenue sera rigoureusement celle des valeurs utilisées pour les estimer.

Une estimation donc plus rigoureuse de l'erreur relative associée aux valeurs est fournie par la moyenne des DRA sur ce type de sélection des données.

Notons que certains protocoles proposent une méthode de validation très simple selon laquelle la précision est acceptable si 90% des points sont dans l'intervalle  $\pm 20\%$  (duplicatas de roche), et/ou si 90% des points sont dans l'intervalle  $\pm 10\%$  (duplicatas de pulpe). Ce dernier intervalle est illustré sur la **Figure 11**. De façon analogue, il sera plus pertinent de ne considérer que les points situés au-dessus d'une concentration seuil.

*En pratique*, ce type de diagramme est nettement plus efficace que celui de la **Figure 10** bien qu'il demeure nettement moins couramment employé par les pratiquants. Il a été relevé dans les protocoles de 20% des compagnies considérées, essentiellement des compagnies ayant des ressources internes très spécialisées sur le QA/QC.

Cette approche est nettement recommandée, elle devra être **considérée comme un minimum requis** pour établir la précision d'un système de mesure.

### 3.2.3 Méthode de Howarth & Thompson

Thompson et Howarth (1978) proposent une méthode de calcul de la précision qui demeure à ce jour le plus consensuelle, la plus fiable et la plus utilisée par les spécialistes. Cette méthode est basée sur le postulat fondamental selon lequel la relation entre l'erreur absolue et la teneur est linéaire. Ce postulat constitue la principale limitation de la méthode puisqu'il n'est pas systématiquement vérifié en pratique. La relation linéaire postulée par la méthode H&T s'écrit (équation 2),

$$E = E_0 + kc$$

où  $E$  est l'erreur absolue, autrement dit la différence  $|dup - parent|$ ,  $E_0$  est l'erreur à concentration nulle,  $c$  est la concentration, que l'on assimilera à la moyenne du doublet  $(dup + parent)/2$ , et  $k$  un coefficient caractéristique du système de mesure.

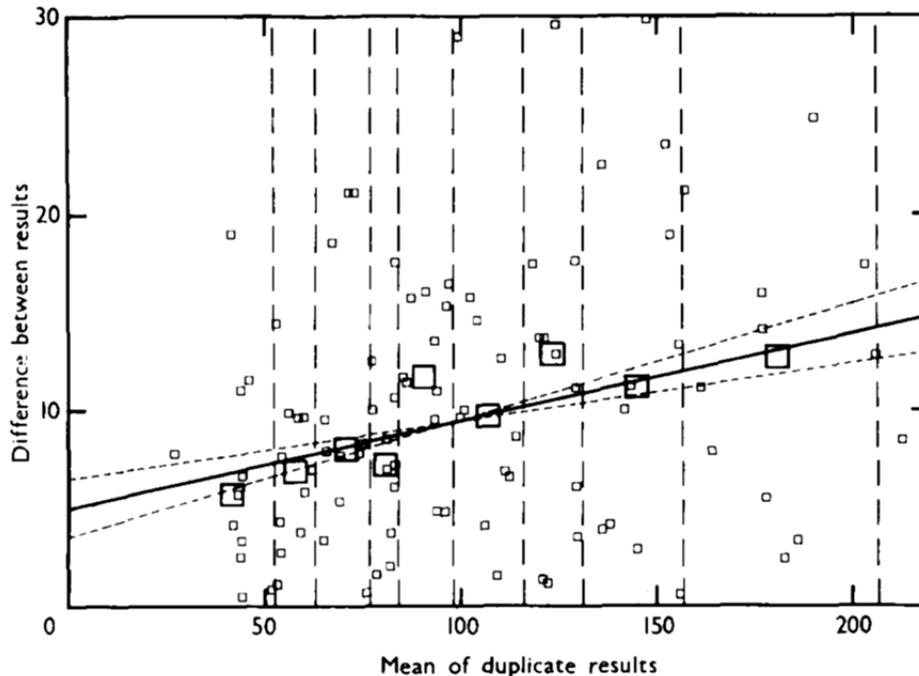
En termes d'erreur relative  $E_r$ , on a donc (équation 3),

$$E_r = \frac{E}{c} = \frac{E_0}{c} + k$$

Pour établir les paramètres  $E_0$  et  $k$ , la procédure proposée par ces auteurs est la suivante :

1. Pour chaque doublet (min. 64 doublets), calculer la différence absolue  $|dup - parent|$  et la concentration moyenne  $(dup + parent)/2$ .
2. Passer les moyennes en rang (ordre croissant).
3. Suivant cet ordre croissant, regrouper les doublets de la manière suivante : les neuf premiers, puis par groupe de onze, ignorer le dernier groupe s'il est constitué de moins de onze doublets.
4. Calculer, pour chaque groupe, la moyenne des moyennes individuelles de chaque doublet, et la médiane des différences absolues.
5. Faire une régression linéaire sur les valeurs obtenues : médianes des différences vs moyennes des moyennes ; l'équation obtenue est l'équation 2, ce qui permet donc d'accéder aux termes  $E_0$  et  $k$ .

Un exemple est illustré par la **Figure 12**, issue de l'article de Thomson et Howarth (1978).

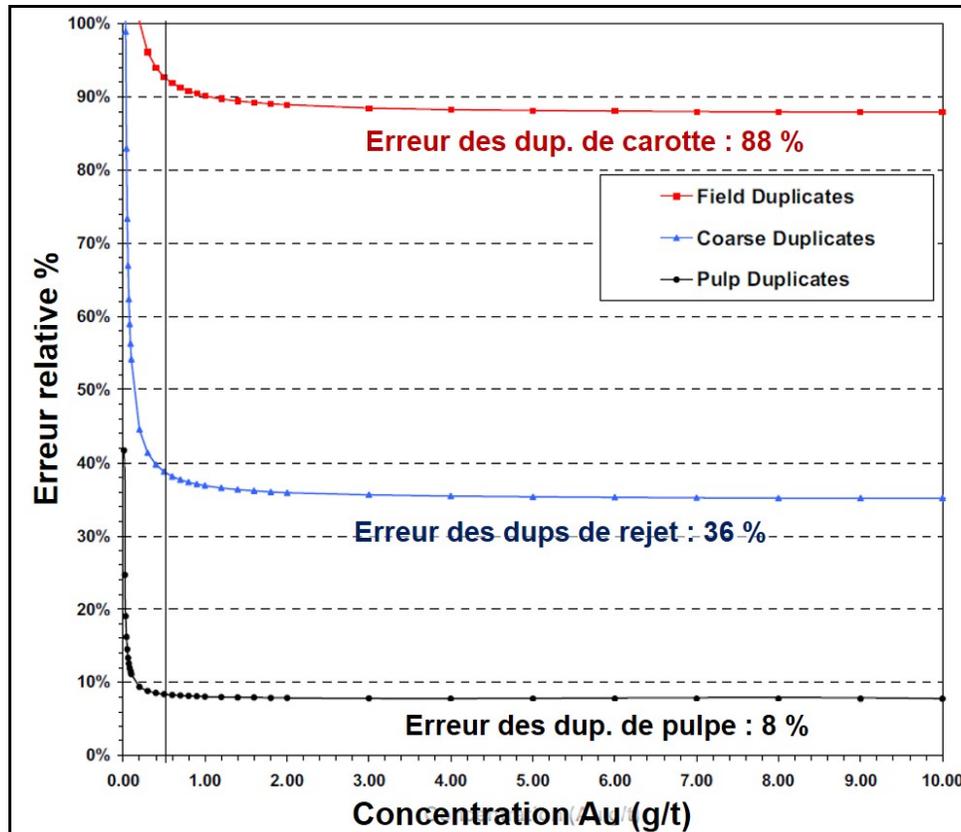


**Figure 12.** Illustration de la méthode de Howarth & Thompson (Thompson et Howarth, 1978). Les petits carrés sont les doublets individuels tandis que les gros carrés sont les valeurs moyennes et médianes respectivement de la différence et la moyenne de chaque doublet, après regroupement (voir texte).

Connaissant  $E_0$  et  $k$ , l'erreur relative en fonction de la concentration peut ensuite être projetée sur un diagramme binaire, tel qu'illustré sur la **Figure 13**, tout simplement en projetant l'équation 3. On retrouve l'augmentation de l'erreur relative dans les faibles concentrations, évoquée précédemment. Cette augmentation prend sur ce diagramme la forme d'une asymptote puisque  $E_r$  tend vers plus l'infini lorsque  $c$  tend vers 0 dans l'équation 3. Elle est donc à mettre en perspective avec le caractère non affine de la relation linéaire entre l'erreur absolue et la concentration (éq. 2), autrement dit au fait que, en pratique,  $E_0$  ne soit pas nul.

Par ailleurs, l'erreur relative se stabilise à partir d'un certain seuil sur une valeur plateau (**Figure 13**) dont la hauteur n'est autre que le terme  $k$  des équations 2 et 3. **C'est cette valeur qui sera considérée comme la meilleure estimation de l'erreur relative associée aux données**, et qui sera conservée. Elle correspond au terme  $k$  puisque  $E_r$  tend vers  $k$  lorsque  $c$  tend vers plus l'infini (éq. 3).

Suivant l'exemple du gîte Discovery (**Figure 13**), un gîte aurifère filonien situé en Abitibi et caractérisé par la présence d'or grossier, les erreurs relatives obtenues pour les duplicatas de pulpe, de rejet et de roche sont respectivement de 8, 36 et 88%. La première, 8%, est élevée mais demeure relativement acceptable pour des duplicatas de pulpe. La deuxième, 36%, est très élevée pour des rejets et indique une faible homogénéité des échantillons de rejet en sortie du concasseur. Un effort doit être appliqué pour améliorer cette étape. La troisième, enfin, culmine à 88%, ce qui est extrêmement élevé et indique une très faible homogénéité primaire, directement liée à un fort effet pépite causé par la présence d'or grossier. Ici encore, ce résultat suggère de rechercher une amélioration des procédures. Il faut noter toutefois que ce type de résultats n'est pas rare pour les gîtes aurifères, et varie avec le contexte gîtologique (voir section suivante).



**Figure 13.** Diagramme de Howarth & Thompson, projet aurifère Discovery (Abitibi). Tiré de Horvath (2007), dans le rapport 43-101 publié en 2009 (Pelletier, 2009).

Une critique de la méthode H&T doit être apportée. Cette critique concerne le postulat sur la linéarité de l'erreur (relation différences absolues vs teneurs) illustré à la **Figure 12**. En pratique, ce postulat n'est pas toujours vérifié, et ce en particulier pour les systèmes à forte imprécision ; il peut s'avérer dans certains cas difficile de tirer une droite de régression linéaire valable sur l'ensemble du spectre de concentrations des doublets. Dans tels cas, il peut y avoir une certaine incertitude sur la détermination de la droite de régression illustrée **Figure 12**, qui engendre forcément une incertitude sur l'estimation de l'erreur relative du système puisque celle-ci n'est autre que la pente de cette droite (le coefficient  $k$  de l'éq. 2). Toutefois, ce type de situation dénote en soi un problème de précision, une erreur relative très grande. Inversement, les systèmes à faible ou moyenne erreur relative montrent généralement un bon alignement autorisant une régression linéaire valable. Des améliorations de la méthode de Howarth & Thompson, particulièrement axées sur ce point, ont par la suite été proposées (Stanley, 2003, 2006). Toutefois, elles ne seront pas détaillées dans ce rapport, qui s'en tient à la forme classique de cette méthode, satisfaisante en première approximation.

### 3.2.4 Analyse séquentielle de la précision des systèmes de mesure

Les valeurs  $E_r$  obtenues par la méthode H&T décrite ci-dessus ne correspondent pas *sensu-stricto* à l'erreur insérée aux étapes de séparation successives de la chaîne d'acquisition de données, illustrée sur la **Figure 6**. Pour identifier rigoureusement les termes  $\sigma_{ech.}$ ,  $\sigma_{Conc.}$  et  $\sigma_{Pulv.}$ , indiqués sur cette figure, il convient d'utiliser les équations 1. Les termes  $\sigma_{Dup.Roche}$ ,  $\sigma_{Dup.Rejet}$  et  $\sigma_{Dup.Pulpe}$  sont assimilés aux valeurs respectives de  $E_r$  obtenues par la méthode H&T.

En négligeant l'erreur purement analytique, on obtient donc pour l'exemple illustré sur la **Figure 13** :  $\sigma_{Pulv.} = 8\%$ ,  $\sigma_{Conc.} = 35,1\%$ , et  $\sigma_{ech.} = 80,28\%$ .

Cet exemple démontre tout l'intérêt d'insérer en parallèle des duplicatas de différentes natures, aux différentes étapes de séparation de la chaîne d'acquisition de données, autrement dit de procéder à une analyse séquentielle de la précision du système de mesure. Cette analyse permet en effet d'identifier les étapes à haute incertitude dans la chaîne d'acquisition de données et par conséquent de focaliser les efforts d'amélioration sur ces étapes. Les efforts seront ainsi plus efficaces.

### 3.2.5 Actions de correction

Disposer, par les méthodes présentées ci-dessus, d'une estimation fiable de l'erreur associée aux données utilisées permet de connaître la qualité des interprétations tant scientifiques qu'économiques qui en découlent. Ces résultats permettent de prendre le plein contrôle de la valeur d'une définition de ressources et par conséquent du risque financier associé à un projet.

Par ailleurs, si la précision associée aux données est jugée trop faible, il peut être nécessaire d'améliorer les procédures afin de réduire l'erreur. Encore une fois, une analyse séquentielle de la précision, permise par l'insertion de plusieurs types de duplicatas, fournira les informations nécessaires pour cibler ces améliorations, dont voici quelques exemples :

**Si  $\sigma_{ech.}$  est trop élevé** (ou en première approximation l'erreur relative  $E_r$  obtenue pour les duplicatas de roche par la méthode H&T) : l'élément analysé est distribué de manière hétérogène dans le milieu naturel, si bien que la représentativité des échantillons est faible. Le meilleur – et unique – moyen d'y remédier est d'augmenter la masse de l'échantillon, afin d'augmenter sa représentativité. Pour des carottes de forage, cela signifie soit augmenter la longueur des échantillons, soit augmenter le diamètre de forage (NQ → HQ), soit, le cas échéant, cesser de prendre comme duplicata des quarts de carotte (4 *split*). Notons que cette logique peut être utilisée dans les deux sens : puisque  $\sigma_{ech.}$  fournit très rigoureusement une estimation de la représentativité des échantillons pour la substance convoitée, il permet d'apprécier l'adéquation de la masse des échantillons vis-à-vis de la variance naturelle et, dans certains cas, de mettre en évidence un sur-échantillonnage du signal recherché. En effet, certaines substances, dans certains contextes géologiques, sont très homogènes ; on peut citer le phosphore dans un gîte anorthositique. Dans ce cas, les préoccupations des pratiquants sont davantage les pertes liées à un sur-échantillonnage du système, produisant une information redondante, et qui pourra être indiquée par de très faibles – trop faibles si l'on peut dire – valeurs de  $\sigma_{ech.}$ . Le chapitre suivant présente une compilation de ces valeurs pour différents contextes métallogéniques, à partir de laquelle il est possible de se faire une idée sur les valeurs moyennes acceptables.

**Si  $\sigma_{Conc.}$  est trop élevé** (ou en première approximation l'erreur relative  $E_r$  obtenue pour les duplicatas de rejets par la méthode H&T) : les rejets sont trop hétérogènes en sortie du concasseur si bien que les échantillons ne sont pas représentatifs. Il convient alors d'essayer les mesures suivantes :

- 1) contrôler l'efficacité du concasseur auprès d'un laboratoire témoin en soumettant des rejets pour vérification granulométrique (voir *Particle Size Analysis* dans la section suivante) ;
- 2) augmenter la représentativité soit en diminuant la taille du grain (affiner la granulométrie de passage en prenant une maille plus fine), soit en augmentant la masse de rejet échantillonné (p.ex., passer de 1 à 3 kg devrait considérablement réduire l'erreur).

**Si  $\sigma_{Pulpv.}$  est trop élevé** (ou en première approximation l'erreur relative  $E_r$  obtenue pour les duplicatas de pulpes par la méthode H&T) : les pulpes sont trop hétérogènes, augmenter la masse de pulpe échantillonnée. Par exemple, doubler la masse classique de 30 g à 60 g devrait considérablement réduire l'erreur à cette étape.

Les actions suggérées ici pour l'augmentation de la représentativité dérivent de la théorie de l'échantillonnage adaptée à l'exploration minière (Clifton et al, 1969 ; Nichol et al, 1989 ; François-Bongarçon et Gy, 1999, 2001 ; François-Bongarçon, 1993, 1998, 2004 ; Bazin et al, 2013). Chacune de ces actions de réduction de l'erreur a un coût et une efficacité spécifiques. Par exemple, si doubler la masse de pulpe ne devrait pas engendrer un coût colossal, la réduction obtenue sur l'erreur relative totale demeurera très faible du fait que cette étape constitue en tout état de cause une source mineure d'erreur en comparaison à l'erreur primaire (liée à l'échantillonnage primaire) ou à l'erreur totale. La réduction locale de l'erreur ne se répercute pas de façon linéaire sur la réduction de l'erreur totale. Les travaux de Stanley et Smee (2007) sur la réduction de l'erreur séquentielle approfondissent ces aspects. Ces auteurs concluent que les mesures les plus efficaces pour réduire l'erreur totale sont celles portées sur l'échantillonnage primaire (roche), bien que les moins coûteuses soient celles portées sur l'échantillonnage de pulpe. Il convient d'adapter les usages aux moyens et aux besoins de chaque projet et, entre autres, à son degré d'avancement.

### 3.3 Autres actions de contrôle répertoriées

#### Insertion de duplicatas externes (crosschecks, external checks, umpire assays)

- Envoi de pulpes à un **laboratoire subsidiaire**.
  - Une des mesures QC les plus efficaces.
  - Présente l'avantage que les blancs, standards et duplicatas sont « aveugles ».
  - Contrôle l'impact des différences de procédures analytiques entre différents labos, identifie les biais analytiques éventuels.
  - Nettement plus avantageux d'envoyer en routine 5-10% des échantillons **depuis le début d'un projet** qu'une sélection d'échantillons à la fin d'un projet (trop tard pour réagir si un problème est identifié).
  - Doivent être sélectionnés **aléatoirement**.
  - Doivent être envoyés systématiquement avec les mêmes standards que l'original (pour déterminer quelle est la bonne analyse en cas de biais identifié).
  - Envoyer préférentiellement **les pulpes** (après pulvérisation) plutôt que les *rejets* (après concassage) car elles sont plus homogènes.
- ✓ **Pratique assez courante** aux stades avancés (à partir de la définition) : 6 compagnies sur les 10 testées dans cette étude.
- ✓ **Taux variables** : entre 5% et 10% toutes zones confondues, ou 20% dans les zones minéralisées.

#### Ré-analyses de pulpes et/ou rejets (internal checks)

- Ré-analyser en routine **au même laboratoire** les pulpes des échantillons à **concentrations élevées** (p. ex. : seuil 95<sup>ème</sup> centile, seuil 0,5 g Au/t, etc.).
  - Fournis un degré de confiance supplémentaire sur les échantillons à **forte teneur**.
  - Intérêt de laisser plusieurs mois avant la ré-analyse afin de contrôler la constance du laboratoire.
- ✓ **Pratique très courante, systématique** aux stades avancés (à partir de la définition), dans les zones minéralisées (uniquement avec les pulpes).
- ✓ **Taux variables** : entre 2,1% et 15% toutes zones confondues, et entre 5% et 100% dans les zones minéralisées.
- ✓ En routine (dès les stades précoces pour pulpes **et rejets**), ils permettent une estimation très rigoureuse de la qualité du système de mesure (analyse séquentielle de la précision) : **pratique très rare (2/11)**.

#### Randomisation

- Renumerotation aléatoire de tous les échantillons.

- Identification plus efficace des dérives temporelles et des biais (nivellement des moyennes).
- ✓ Pratique recommandée par les consultants/spécialistes et utilisée dans le passé.
- ✓ N'est plus en vigueur actuellement (source potentielle d'erreur pendant la renumérotation).

#### Particle Size Analysis (PSA)

- Vérification de la granulométrie des rejets.
- Envoi de rejets à un deuxième labo afin de vérifier si les **exigences granulométriques** au concassage ont été remplies (p.ex., le deuxième labo vérifiera si le rejet passe bien 95% au tamis 2mm (10-mesh)).
- ✓ **Pratiqué par 2/11 compagnies** (taux 5% jusque 30 éch. puis 1% si PSA préliminaire est acceptable).
- ✓ Stades d'exploration peu avancés et avancés.
- ✓ Recommandé par les consultants.

#### Compilation des résultats cumulatifs à long terme

- Comparaison des résultats obtenus pour les standards et les duplicatas **sur une longue période, nivellement des campagnes successives.**
- Contrôle la dérive à long terme, qui ne serait pas visible par l'évaluation des lots individuels.
- ✓ Pratique très rare (1/11), **seulement compagnie ayant un protocole QA/QC très avancé.**

#### Audit des logs de forage d'un projet au stade estimation ou faisabilité ou nouvellement acquis

- **Re-loggage** aléatoire ou systématique.
- Estimation du pourcentage de corrélation des lithologies loggées par différents géologues, pour différentes formations.
- ✓ Pratiqué par **les compagnies travaillant en acquisition de projets avancés.**
- ✓ Pratique courante lors de l'avancement d'un projet (faisabilité).
- ✓ Intervenant externe (consultant).

#### Audits de bases de données

- Audit partiel ou total en particulier lors de l'**acquisition d'un projet**, ou du passage au stade de l'**estimation de ressources** ou de la **faisabilité.**
- Retour en acquisition de données (aléatoire ou ciblé).
- Vérification des données historiques.
- ✓ Pratique commune associée à la publication de 43-101 (*Data verification*) mais de qualité très variable : superficielle (vérification de positionnement de quelques trous...) à très exhaustif (contre-vérification d'un pourcentage significatif de données avec ré-analyses).
- ✓ Recours à une **personne externe** mandatée (consultant) est souvent préféré.
- ✓ Pratiqué par 1/11 compagnie sur une base annuelle pour tous projets avancés.

#### Audits de laboratoire

- Le labo fait l'objet d'une **inspection approfondie** par un spécialiste interne ou externe.
- ✓ **Pratiqué par plusieurs compagnies**, en général en sous-traitance (consultants).
- ✓ Souvent fait aux stades avancés (définition) pour accroître la confiance dans les estimés  
→ Toutes les données acquises aux stades antérieurs **ne sont pas « couvertes »** par l'audit.
- ✓ Pratique plus rare bien que plus logique : à un stade précoce *avant* de choisir le labo.

- ✓ Il existe des audits gouvernementaux (laboratoires agréés), académiques, et un certificat ISO (*ISO 9001 : 2008, Systèmes de management de la qualité* ou *ISO 17025 : 2005, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*).

### Étude de l'hétérogénéité

- Le plus tôt possible dans un projet, faire une étude de **l'hétérogénéité du terrain** et de **l'adéquation des procédures** : quantifier l'hétérogénéité primaire et les variances insérées subséquentement (analyse séquentielle décrite plus haut), quantifier le rapport entre l'hétérogénéité primaire et la variance totale du signal convoité (méthode *Gage R&R* décrite plus loin).
  - Minimum 64 duplicatas (les standards peuvent être intégrés à l'étude) de chaque type.
  - Permet de déterminer statistiquement et quantitativement si les **procédures sont appropriées** ou si elles doivent être améliorées : *fréquence des erreurs humaines, adéquation du protocole d'échantillonnage, taille et fréquence des échantillons, granulométrie au concassage, tailles séparations rejet et pulpe, méthode analytique, etc.*
- ✓ Pratiqué uniquement par 1/11 compagnie, protocole QA/QC **très avancé**.
  - ✓ **Fortement recommandé par les consultants, en particulier dans l'or (forte imprécision)**.

## 3.4 Synthèse des taux d'insertion

### 3.4.1 Résultats

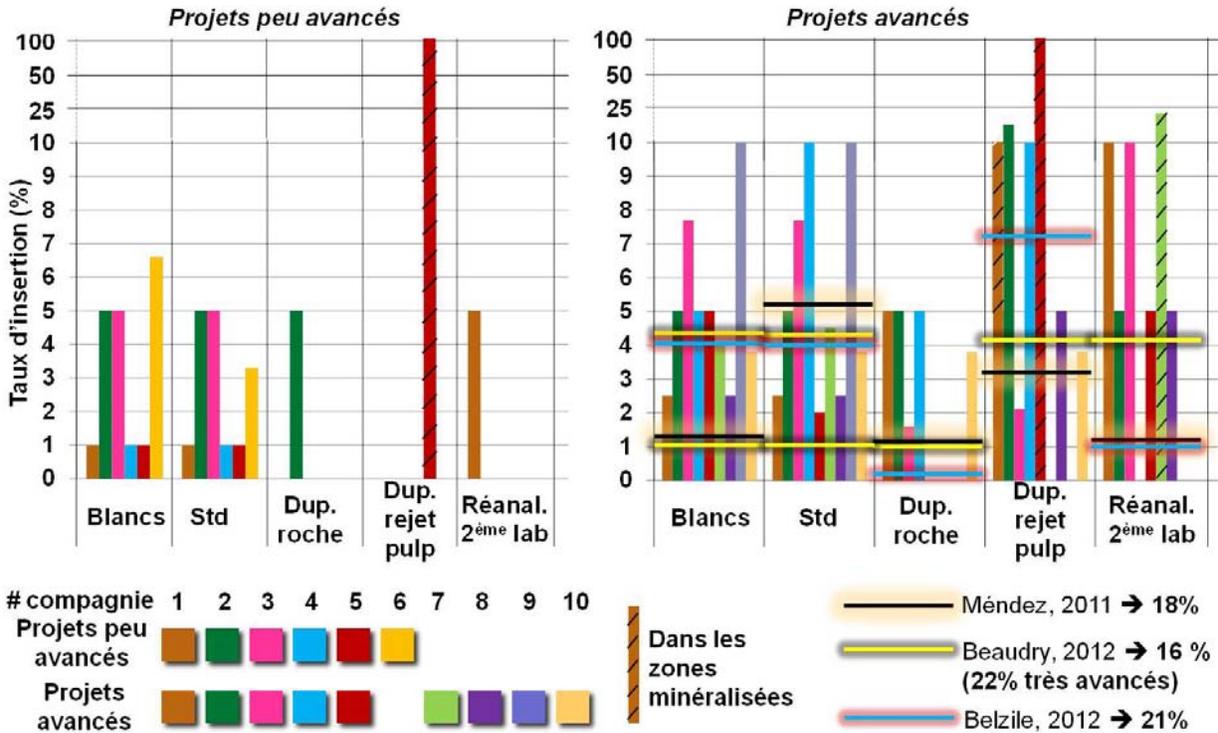
Les taux d'insertions répertoriés dans les protocoles des compagnies membres sont présentés sur le **Tableau 1**.

**Tableau 1.** Taux d'insertion répertoriés dans les protocoles des compagnies membres. ZM signifie que le pourcentage indiqué ne s'applique que dans les zones minéralisées.

Compagnie	#1		#2		#3		#4		#5		#6	#7	#8	#9	#10
<b>Blancs</b>	1	2,5	5	5	5	7,7	1	5	1	5	6,6	4	2,5	9,6 - 10,3	3,8
<b>Standards</b>	1	2,5	5	5	5	7,7	1	10	1	2	3,3	4 - 5	2,5	9,6 - 10,3	3,8
<b>Dupl. éch.</b>		5	5	5		1,6		5						Irr.	3,8
<b>Dupl. pulpe/rejet</b>		5 + 5 ZM		15		2,1		10	100 ZM	100 ZM			5	Irr.	3,8
<b>Ré-anal. pulpe/rejet 2<sup>ème</sup> labo</b>	5	10		5		10			5			20 ZM	5	Irr.	
<b>Total</b>	7	25 + 5 ZM	15	35	10	29	2	30	2	9 + 100 ZM	9,9	8 - 9 + 20 ZM	15	18,3 - 23,7	15,6
<b>Types de projets</b>	Précoces	Avancés	Précoces	Avancés	Précoces	Avancés	Précoces	Avancés	Précoces	Avancés	Précoces	Avancés	Avancés	Avancés	Avancés

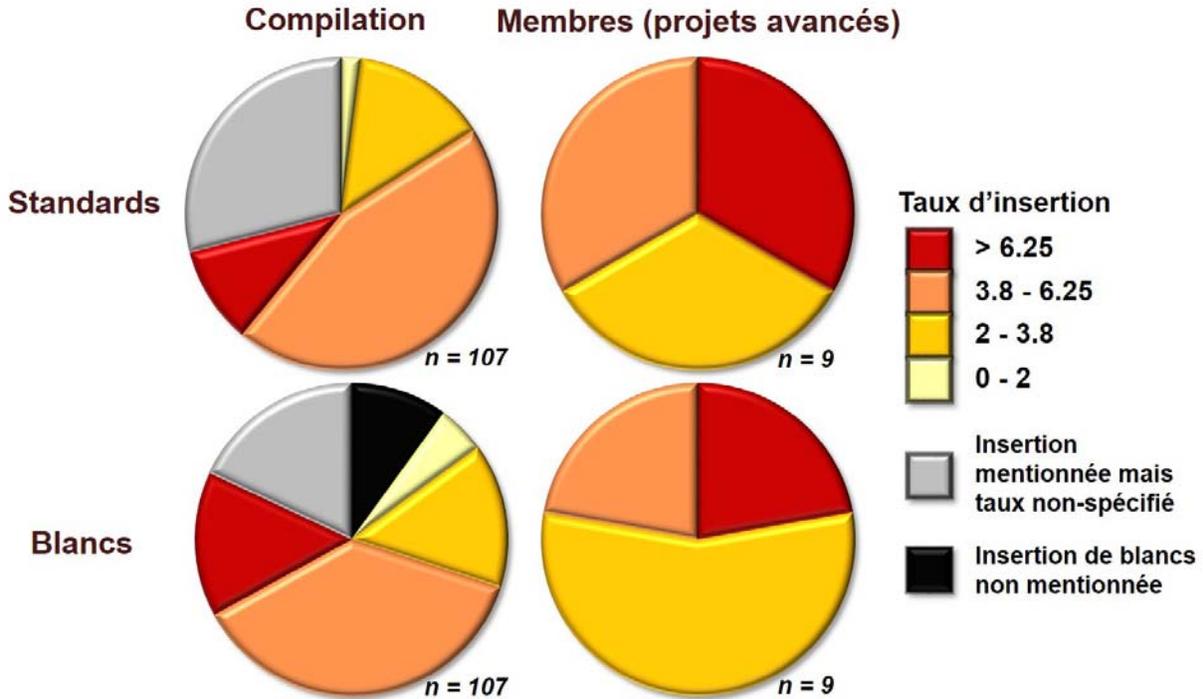
Ces résultats sont présentés sous forme plus visuelle à la **Figure 14**. Ces taux sont mis en perspective avec les taux recommandés par plusieurs consultants. Cette figure permet d'apprécier le degré d'homogénéité des taux pratiqués. Plusieurs conclusions peuvent être tirées de cet exercice :

1. **Les blancs et les standards** sont systématiquement insérés dès les stades précoces. Toutefois les taux sont très variables, en particulier aux stades précoces où ils varient d'un facteur 5 à 7. Ces taux sont globalement plus élevés aux stades avancés, mais ils demeurent très hétérogènes (facteur 4 à 5). La plupart des compagnies pratiquent des taux au-dessus des recommandations des spécialistes consultants, certaines les dépassent même largement (compagnies 3, 4 et 9) tandis que d'autres sont légèrement inférieures (compagnies 1, 8, et 5 pour les standards) ce qui peut être lié aussi à certaines différences de degré d'avancement (définition, avancé vs faisabilité, très avancé).
2. Les pratiques concernant les duplicatas sont nettement plus hétérogènes. Une seule compagnie insère des **duplicatas de roches** aux stades peu avancés, tandis que seulement 50% en insère aux stades avancés, dont une à un taux très bas (1,6%). Aucune compagnie de fait de **duplicatas de pulpes/rejets** aux stades peu avancés, tandis que 60% en font aux stades avancés, dont deux uniquement dans les zones minéralisées (ré-analyses au même laboratoire). Ici encore les taux sont extrêmement variables, une compagnie prend des duplicatas de pulpes/rejets à hauteur de 15% toutes zones confondues, tandis que d'autres ré-analysent systématiquement 100% des échantillons minéralisés (incluant aux stades peu avancés : compagnie #5). On remarque que les tendances moyennes des usages s'alignent sur les tendances moyennes des recommandations faites par les spécialistes, bien que, individuellement, ces recommandations en matière de duplicatas soient assez disparates, à l'instar des usages.
3. Les ré-analyses à un deuxième laboratoire ne sont pas pratiquées par toutes les compagnies, même aux stades avancés. Six compagnies sur dix pratiquent ce type de contrôle, à des taux variant de 5 à 20%. Notons qu'une compagnie (#1) envoie systématiquement 5% de ses échantillons en ré-analyse à un deuxième laboratoire pour des projets à des stades peu avancés (10% pour des projets avancés).



**Figure 14.** Taux d'insertion répertoriés dans les protocoles des compagnies membres. Chaque couleur correspond à une compagnie. Certaines compagnies n'opérant pas dans des projets peu avancés ne sont pas comptabilisées dans l'histogramme de gauche, et réciproquement la compagnie n'opérant que dans des projets peu avancés n'est pas comptabilisée sur l'histogramme de droite. Pour comparaison, les taux recommandés par plusieurs consultants indépendants sont superposés.

La **Figure 15** présente une comparaison des taux pratiqués par les membres avec les taux moyens pratiqués dans l'industrie selon une étude récente menée par Bloom (2012) à partir de la compilation de 132 rapports 43-101 publiés en 2009. Notons que 25 des 132 rapports ne présentaient aucune référence à des analyses de QC, et n'ont donc pas été considérés ici. Ils correspondent possiblement à des rapports sur des données historiques. La comparaison présentée à la **Figure 15** montre que les compagnies membres pratiquent des taux situés dans la moyenne à légèrement au-dessus de la moyenne. En revanche, aucun membre ne pratique pas l'insertion de blanc tandis que c'est le cas pour une moyenne de 10% des projets compilés.



**Figure 15.** Comparaison entre les taux pratiqués par les membres et les taux moyens pratiqués dans l'industrie (d'après Bloom, 2012).

### 3.4.2 Interprétation

Il ressort de cet exercice (**Figure 14**) que, excepté le fait que toutes les compagnies membres font usage des blancs et des standards, leurs pratiques sont hétérogènes tant sur la nature des actions que sur les taux d'insertion. Pour exemples : une compagnie ré-analyse 100% des échantillons minéralisés tandis que plusieurs en ré-analysent 0% ; une compagnie ré-analyse 5% de la totalité de ces échantillons auprès d'un deuxième laboratoire dès les stades peu avancés tandis que d'autres n'en ré-analysent pas du tout.

On pourrait en conclure que les préoccupations divergent dans la communauté des pratiquants. Certains sont davantage concernés par la fiabilité du laboratoire, d'autres par la consolidation des zones minéralisées, d'autres encore par la précision des systèmes de mesure dès les stades précoces. Ces résultats sont d'autant plus surprenant que la problématique de qualité dans ses moindres modalités est, pour sa part, la même pour tout le monde. En première approximation seulement car, comme nous le verrons plus loin, les problèmes de précision sont fortement conditionnés par le contexte métallogénique (substance, gîtologie). Les divergences observées ici ne sont toutefois pas corrélées à ces contextes métallogéniques, et aucun protocole ne spécifie d'adapter les usages en fonction d'une étude préalable de l'hétérogénéité du terrain.

Par conséquent, les variations d'usage observées ici sont à rapprocher de l'expérience individuelle des pratiquants. La nature des actions et les taux d'insertion sont vraisemblablement établis sur des bases diverses, et ne relèvent pas d'une analyse du terrain.

Pour ce qui est des blancs et des standards, ceci est relativement normal puisque ces actions ont une fonction de détection des erreurs de procédure, de surveillance continue. Elles ont ce caractère « vigile » si bien que les taux d'insertion dénotent essentiellement le degré de confiance des pratiquants envers la

gestion des procédures en général, et en particulier envers le laboratoire. Ce degré de confiance doit probablement varier selon l'expérience de la collaboration et l'envergure des laboratoires. En revanche, pour ce qui est de l'insertion des duplicatas, le présent exercice fait clairement apparaître une **lacune majeure** des pratiques actuelles. Il semble en effet que les pratiquants ne soient pas assez sensibilisés aux problèmes de précision de leurs systèmes de mesure, puisque la moitié ne fait pas usage de duplicatas de roche, qui constituent la base des analyses de précision, et ce même aux stades avancés. Il s'agit d'un constat plutôt inattendu.

On constate en revanche que les duplicatas de pulpes/rejets sont plus courants, en particulier pour les échantillons minéralisés. Dans deux cas sur sept, ces duplicatas sont effectués *a posteriori*, c'est-à-dire que les pulpes/rejets sont envoyés en ré-analyse après réception des premiers résultats ce qui dénote une volonté de consolider les échantillons minéralisés. Mis à part ce dernier point, le fait que l'insertion de duplicatas de pulpe/rejet soit préférée à celle de duplicatas de roche demeure inexplicable puisque l'erreur relative obtenue par les duplicatas de pulpes/rejets ne correspond en toute circonstance qu'à une fraction souvent mineure de l'erreur totale du système de mesure. Une fraction même relativement infime dans les nombreux cas où un effet pépité est présent. Cet aspect est détaillé dans la section suivante.

La prochaine étape de cette étude s'emploie à évaluer l'ampleur réelle de ces problèmes de précision à travers une compilation des erreurs relatives calculées par la méthode H&T à partir des duplicatas provenant de plusieurs gîtes, issus de contextes métallogéniques variés.

---

## 4 VARIATION DE L'ERREUR SELON LE CONTEXTE METALLOGENIQUE

---

### 4.1 Introduction

On devine intuitivement que l'hétérogénéité naturelle sera influencée par le contexte métallogénique. Par expérience, on sait qu'un gîte constitué de minéralisations aurifères se présentant sous forme d'or libre dans des veines discrètes est beaucoup plus difficile à définir avec fiabilité qu'un gîte constitué de sulfures massifs formant des horizons continus concordants, ou encore qu'un gîte situé dans un *stockwork* homogène à l'échelle macroscopique et dont la géométrie patatoïde est contrôlée par celle d'une intrusion sous-jacente. On peut donc anticiper le fait que les problèmes de précision des teneurs mesurées seront rencontrés davantage pour des gîtes aurifères dits filoniens, où ils sont essentiellement liés à la granulométrie de l'or et à l'effet pépité conséquent.

Toutefois, un tel rapprochement entre la précision des mesures – les difficultés de définition du gîte qui en découlent – et le contexte métallogénique n'a jamais été formellement analysé. C'est pourtant un exercice intéressant puisque, comme nous l'avons montré au chapitre précédent, la précision des mesures, autrement dit l'erreur qui leur est associée, n'est pas, en pratique, souvent contrôlée. Pour évaluer l'ampleur de cette lacune et la nécessité d'y remédier, il est important de commencer à documenter le problème. Ce chapitre s'attache donc à quantifier l'erreur globale associée à plusieurs gîtes, représentant différentes substances d'intérêt et différents contextes gîtologiques. Il s'agit d'une étude préliminaire puisque seuls 13 gîtes ont pu être compilés. Une étude plus exhaustive nécessiterait de compiler un plus grand nombre de cas.

### 4.2 Hétérogénéité et facteur d'échelle

Il faut apporter une distinction entre ce que l'on appelle ici *l'hétérogénéité primaire*, qui exprime la reproductibilité des analyses, essentiellement liée à la représentativité de l'échantillonnage primaire, de *l'hétérogénéité macroscopique* ou géométrique qui traduit davantage la forme du gîte, continue ou discrète, patatoïde, tabulaire, linéaire, etc. Le premier type d'hétérogénéité, l'hétérogénéité primaire,

relève de la distribution de la substance à l'échelle de l'échantillon, soit à l'échelle métrique. Cette distribution, homogène ou hétérogène, conditionne la représentativité de l'échantillon et donc la fiabilité de la mesure de l'objet rocheux métrique. Elle n'exprime pas directement la probabilité que cette mesure soit identique dans l'échantillon issu de la même veine intersectée par le forage voisin. Ceci relève d'une hétérogénéité du minerai à une échelle déjà supérieure, disons décamétrique à hectométrique dépendamment de la maille de forage utilisée. Ultimement, l'hétérogénéité du minerai à une échelle encore élargie devient la forme du gîte.

Ainsi, l'hétérogénéité varie avec l'échelle d'observation, et il est probable que ce rapport d'échelle ne soit pas aléatoire : l'hétérogénéité à l'échelle de l'échantillon est probablement souvent liée à l'hétérogénéité macroscopique et à la forme finale du gîte. La nature de ces liens, la possibilité de les modéliser par des algorithmes, est un champ de recherche absolument passionnant et pourrait faire l'objet d'un projet de recherche à venir au CONSOREM (qui rejoindrait dans une certaine mesure une proposition de projet déjà faite en 2011 sur l'analyse du signal aurifère, ainsi qu'un projet passé sur la géométrie des lentilles minéralisées, le projet 2003-04).

Toutefois, il est important de préciser que c'est uniquement cette hétérogénéité à l'échelle de l'échantillon qui affecte la précision des teneurs et que l'on investigate par le QA/QC.

### 4.3 Calcul de l'erreur relative des gîtes

L'erreur relative a été calculée, pour chacun des gîtes considérés, par la méthode de Howarth & Thomsson (H&T) décrite au chapitre précédent, à partir des valeurs de duplicatas de carottes, de rejets et/ou de pulpes dépendamment des données disponibles.

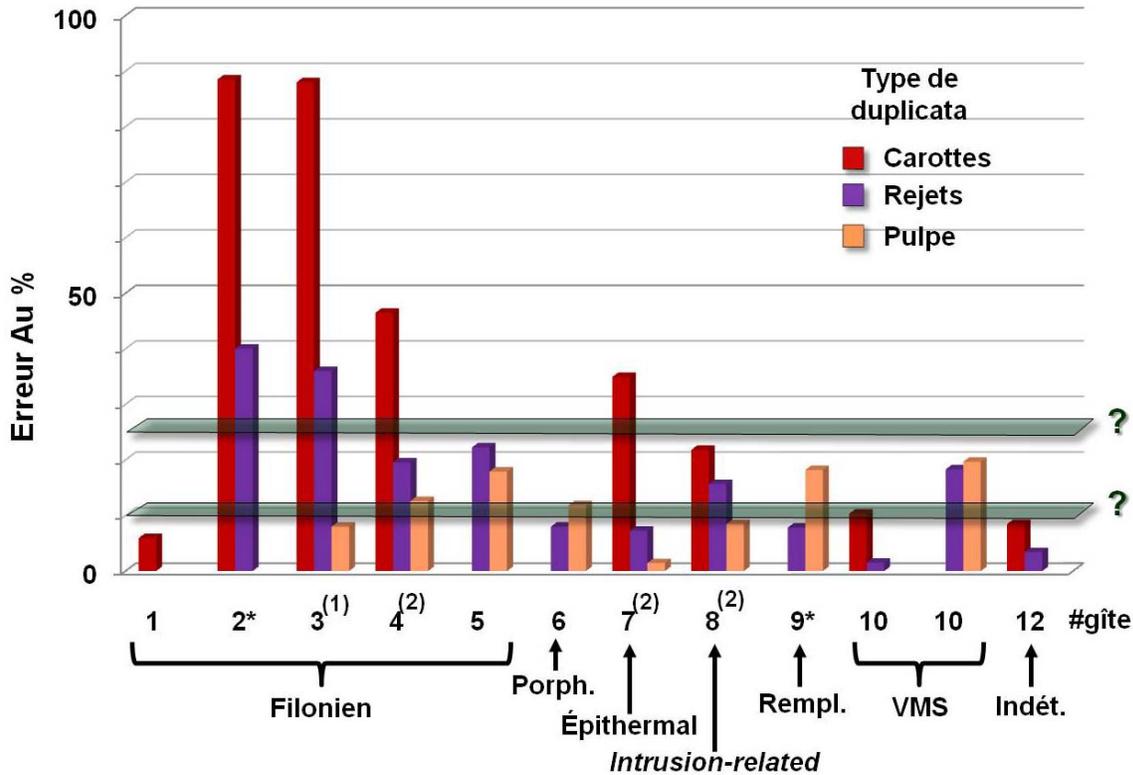
Cette méthode postule une relation linéaire entre l'erreur absolue du doublet (différence entre le duplicata et le parent) et la teneur du doublet. En pratique, il semble que ce postulat soit moins plausible pour les systèmes à forte imprécision, possiblement en raison d'un effet pépité plus marqué dans les valeurs hautes (or grossier). La détermination exacte de l'erreur relative du système, obtenue par la méthode H&T, est donc moins rigoureuse lorsque celle-ci est élevée (pour fixer les idées, lorsqu'elle est supérieure à 60%). Des améliorations ont été proposées afin de corriger cette limitation (Stanley, 2003, 2006), elles ne seront pas considérées ici, faute de temps, mais devraient l'être dans une poursuite de l'exercice. Lorsque le postulat de linéarité a été jugé trop approximatif, l'erreur relative du système a été calculée par la moyenne des différences relatives moyennées absolues (DRA) sur une gamme de valeurs sélectionnée (voir chapitre précédent).

### 4.4 Comparaison de l'erreur relative de différents types de gîtes aurifères

La **Figure 16** présente les valeurs obtenues pour les treize gîtes considérés, rangés par catégories gîtologiques. Plusieurs sont issues de la littérature, elles ont été déterminées par la méthode H&T, de façon analogue à celles calculées dans cette étude (exceptées celles de Stanley et Sme, 2007, qui utilisent une version améliorée de la méthode).

Cet exercice fait clairement ressortir la grande variabilité de l'erreur relative associée aux différents gîtes, et l'influence remarquable du style gîtologique (**Figure 16**). L'erreur associée aux gîtes filoniens est colossale (deux gîtes >80% pour les duplicatas de carottes) tandis que celle associée aux gîtes de type SMV ou remplacement demeure nettement plus basse (<20%). L'erreur associée aux gîtes hydrothermaux magmatiques se situe globalement entre ces deux extrêmes, le gîte épithermal étant plus élevé. Notons que le classement du gîte #1 dans le style filonien est loin d'être consensuel. Malgré une disposition en veines dans des zones de cisaillement régionales, ce gîte est souvent considéré comme un gîte en remplacement et n'a pas les caractéristiques minéralogiques des gîtes filoniens. Enfin, il faut

préciser que l'or est une substance secondaire dans le gîte #10, avec des teneurs typiquement inférieures au gramme par tonne.

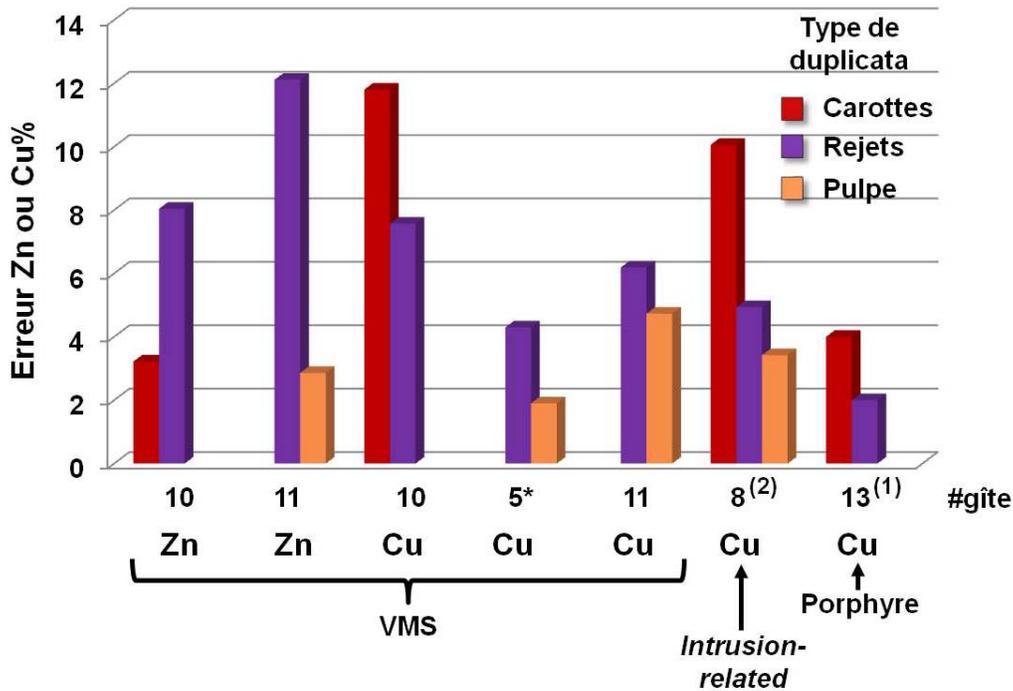


**Figure 16.** Compilation des erreurs relatives, associées à des gîtes aurifères appartenant à différents contextes gîtologiques. Les seuils marqués d'un point d'interrogation correspondent aux seuils 10% et 25%. Sources : (1) Horvath (2007), (2) Stanley et Smee (2007). Les erreurs ont toutes été obtenues par la méthode Howarth & Thompson à l'exception des gîtes marqués d'une étoile. Pour ces gîtes, le postulat de linéarité de l'erreur (voir chapitre précédent) inhérent à cette méthode n'était pas respecté si bien que l'erreur a été dérivée par la moyenne des DRA. Notons que Stanley et Smee (2007) utilisent une version modifiée de la méthode H&T (Stanley, 2003).

#### 4.5 Comparaison de l'erreur relative de différents types de gîtes de Zn et Cu

La **Figure 17** présente les valeurs obtenues pour les analyses de Zn et Cu. Ici encore, les gîtes ont été classés par catégories.

On voit très clairement ici que l'erreur relative est très faible, quel que soit le style gîtologique. La précision des mesures n'apparaît donc pas comme étant problématique pour les gîtes zincifères et cuprifères.



**Figure 17.** Compilation des erreurs relatives, associées à des gîtes de Zn et Cu appartenant à différents contextes gîtologiques. Sources : (1) Beaudry (2003), (2) Stanley et Smee (2007). Les erreurs ont toutes été obtenues par la méthode Howarth & Thompson à l'exception des gîtes marqués d'une étoile. Pour ces gîtes, le postulat de linéarité de l'erreur (voir chapitre précédent) inhérent à cette méthode n'était pas respecté si bien que l'erreur a été dérivée par la moyenne des DRA. Notons que Stanley et Smee (2007) utilisent une version modifiée de la méthode H&T (Stanley, 2003).

#### 4.6 Seuils d'acceptabilité de l'erreur

La validation de la qualité du système de mesures pose la question délicate du seuil d'acceptabilité de l'erreur globale associée aux teneurs.

Aux stades peu avancés (exploration régionale, génération de projets), il est possible de déterminer des seuils justifiables scientifiquement. Il s'agit essentiellement de s'assurer que l'erreur est inférieure aux seuils anomaux utilisés pour les vecteurs géochimiques d'exploration. L'écart entre les deux permettra de se faire une idée sur le degré de confiance que l'on peut attribuer aux anomalies détectées.

En revanche, aux stades avancés, la question est plus complexe et fait intervenir des facteurs économiques, outre les facteurs scientifiques. L'erreur relative associée aux données détermine la confiance que l'on peut avoir dans les estimés et par conséquent conditionne le risque financier inhérent à un passage en exploitation. La décision de l'acceptabilité de l'erreur pose donc celle de l'acceptabilité du risque financier. Dans certains cas de gîtes aurifères, il est probable que même en améliorant considérablement les procédures et en réduisant substantiellement l'erreur, on se bute à un seuil irréductible en deçà duquel la poursuite de la réduction d'erreur impliquerait des coûts irraisonnés. Cette erreur ainsi que le risque associé, bien qu'élevés devront alors être acceptés.

Pour finir, une façon scientifiquement justifiable de concevoir l'acceptabilité de l'erreur d'un système de mesure est de la comparer à la variabilité totale du signal convoité. C'est précisément l'objectif de la méthode *Gage R&R*, présentée au chapitre suivant.

## 4.7 Proportion de l'erreur primaire dans l'erreur totale

Les équations 1 permettent de réaliser, dans les cas où des duplicatas de roche, rejet et pulpe ont été insérés, une analyse séquentielle de l'erreur. On peut donc déterminer la proportion de l'erreur totale causée par les étapes successives de séparation de la chaîne d'acquisition : échantillonnage primaire (roche), échantillonnage du rejet en sortie du concasseur, échantillonnage de la pulpe en sortie du pulvérisateur. On s'intéressera surtout ici à estimer la proportion de l'erreur totale causée par l'échantillonnage primaire (erreur primaire).

Le **Tableau 2** présente ces proportions pour différents substances et contextes géologiques. Ce tableau montre plusieurs choses :

- 1) L'erreur primaire est très élevée pour les gîtes aurifères filoniens (pour deux gîtes sur trois elle atteint environ 80%) tandis qu'elle est moyenne (15 à 42%) pour des gîtes hydrothermaux magmatiques et faible (<11 %) pour des gîtes volcanogènes ou, tous contextes confondus, pour Cu.
- 2) En contrepartie, l'erreur primaire constitue toujours une proportion largement dominante de l'erreur totale, et ce indépendamment du contexte. Cette proportion dépasse 95% dans plusieurs des gîtes considérés. En moyenne, elle s'élève à 82,6% pour Au, 87% pour Ag et 70% pour Cu. Ces valeurs sont du même ordre que la fenêtre de 75-80% conclue lors d'une étude semblable menée par XStrata-Ni (maintenant Glencore) (source : Beaudry 2013a).

**Tableau 2.** Erreur primaire vs erreur totale dans différents contextes métallogéniques. (1) Horvath (2007) ; (2) Stanley et Smee (2007) ; (3) Beaudry (2003). \* $\sigma_{r\text{ Ech.}}$  = (erreur dup carotte<sup>2</sup> – erreur dup rejet<sup>2</sup>)<sup>0,5</sup> ; \*\* Proportion erreur totale = 100 (erreur primaire<sup>2</sup> / erreur dup carotte<sup>2</sup>).

Au				Cu, Ag			
Type géologique	# gîte	Erreur primaire % ( $\sigma_{r\text{ Ech.}}$ )*	Proportion de erreur totale %**	Type géologique	# gîte	Erreur primaire % ( $\sigma_{r\text{ Ech.}}$ )*	Proportion de erreur totale %**
Filonien	2	78.93	79.52	VMS, Cu	10	9.05	58.84
	3 <sup>(1)</sup>	80.29	83.26	<i>Intrusion-related, Cu</i>	8 <sup>(2)</sup>	8.76	75.88
	4 <sup>(2)</sup>	42.18	82.3	<i>Intrusion-related, Mo</i>	8 <sup>(2)</sup>	41.98	99.75
Épith. acide	7 <sup>(2)</sup>	34.18	95.68	Porphyre, Cu	13 <sup>(3)</sup>	3.46	75
<i>Intrusion-related</i>	8 <sup>(2)</sup>	15.16	48.38				
VMS	10	10.23	97.86	VMS, Ag	10	10.73	82.75
Indét.	12	7.76	83.98	Épith. Acide, Ag	7 <sup>(2)</sup>	28.72	92.58

---

## 5 VALIDATION DE L'ADÉQUATION D'UN SYSTÈME DE MESURE EU ÉGARD À LA VARIABILITÉ NATURELLE DU SIGNAL : *GAGE R&R*

---

Les travaux présentés jusqu'ici s'intéressent spécifiquement à l'évaluation de la qualité de systèmes de mesure. La méthode *Gage R&R* (Beaudry, 2013b) décrite dans ce chapitre s'attache davantage à établir l'acceptabilité de cette qualité compte-tenu de la variabilité naturelle du signal recherché.

La méthode *Gage R&R* est une application industrielle revisitée de la méthode statistique classique ANOVA (ANALYSIS OF VARIANCE), dont le but est d'estimer la **proportion de la variance totale qui est liée au système de mesure**. C'est en soi un classique industriel de l'analyse de la performance des systèmes de mesure.

### 5.1 L'école Six-Sigma ou DMAIC

La méthode *Gage R&R* entre en compte dans l'étape *Analyze* du processus *DMAIC* (Six-Sigma). Cet acronyme se décline comme suit (Bloom, 2002) : *Define, Measure, Analyze, Improve* et *Control*. Il s'agit d'une école standard de contrôle/assurance de la qualité utilisée pour un vaste champ d'applications industrielles. De manière un peu schématique, la philosophie consiste en un programme QA/QC séquentiel incluant les étapes successives suivantes :

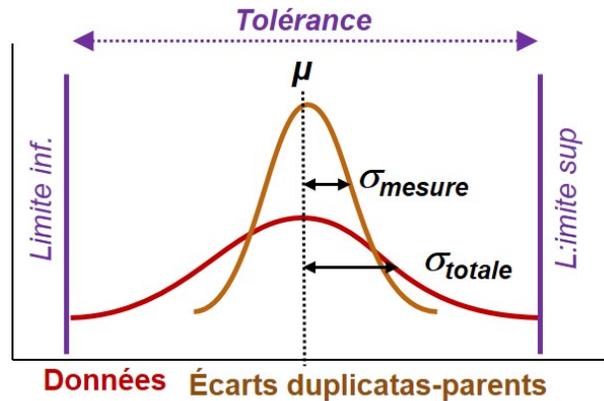
- *Define* : définir des procédures adéquates selon la nature et les objectifs de la campagne (dimension régionale/locale, substance et contexte géologique) ; paramètres à définir : protocoles d'échantillonnage, fréquence et taille des échantillons, nature et fréquence des échantillons de contrôle, etc.
- *Measure* : actions de contrôle ; insertion des échantillons de contrôle ; audits.
- *Analyze* : validation ponctuelle par les échantillons de contrôle (diagrammes standards) ; estimation de la précision globale du système de mesure → acceptable / inacceptable vs la nature du problème posé (ex. : caractériser la distribution spatiale de la variable teneur) ; identification des sources d'incertitude dans la chaîne d'acquisition de données.
- *Improve* : ré-analyses ; rectification des procédures.
- *Control* : vérification, validation à long terme.

Au stade *Improve*, il est possible de recommencer la boucle à partir du stade *Define*, si les résultats de l'analyse (stade *Analyze*) n'ont pas été probants.

### 5.2 La méthode *Gage R&R*

*R&R* signifie reproductibilité et répétabilité, tandis que *Gage* s'apparente à l'acte de jauger. Ce terme signifie donc une jauge de la performance d'un système de mesure en termes de reproductibilité et la répétabilité des valeurs.

Le principe est de comparer l'erreur de précision à la variabilité naturelle du signal recherché. Cette variabilité naturelle est représentée par deux paramètres (**Figure 18**) : l'écart-type  $\sigma_{total}$  de la base de données intégrale (écart-type total, ou encore écart-type historique), et la **tolérance** qui se définit comme l'étendue du spectre de valeurs de cette base de données intégrale (valeur max – valeur min). L'erreur de précision est, pour sa part, assimilée à l'écart-type des différences (*dup - parent*) données par les duplicatas.



**Figure 18.** Illustration des paramètres utilisés par le calcul Gage R&R.

Deux paramètres sont calculés pour déterminer l'adéquation du système de mesure : **%précision** et **%tolérance**. Ils relèvent des algorithmes suivants, très simples et donc faciles d'usage :

$$\%précision = 100 \times \frac{\sigma_{mesure}}{\sigma_{totale}}$$

$$\%tolérance = 100 \times \frac{5,15 \sigma_{mesure}}{lim. sup. - lim. inf.}$$

Ces paramètres comparent les « étalements » des distributions de données et d'erreur, et visent ainsi à indiquer la capacité du système de mesure à représenter le signal.

Les seuils de validation utilisés pour les valeurs de pourcentages obtenues sont :

- >30% indique un système non-acceptable.
- >10% et <30% indique un système de qualité acceptable.
- <10% indique un système d'excellente qualité.

Enfin, ces calculs sont affectés par la résolution des analyses. Un nombre minimum de catégories (paliers de valeurs) est requis pour obtenir un calcul fiable. Plus les valeurs obtenues sont proches de la limite de détection, plus mauvaise sera la résolution et plus faible sera le nombre de catégories, et moins le calcul sera fiable. À l'instar du calcul de l'erreur par la méthode Howarth & Thompson décrite au chapitre précédent, il est important de surveiller cet aspect, et il sera souvent nécessaire de fixer une limite inférieure pour présélectionner les doublets considérés dans le calcul. Pour fixer les idées, une limite de 10 fois la limite de détection peut être prise.

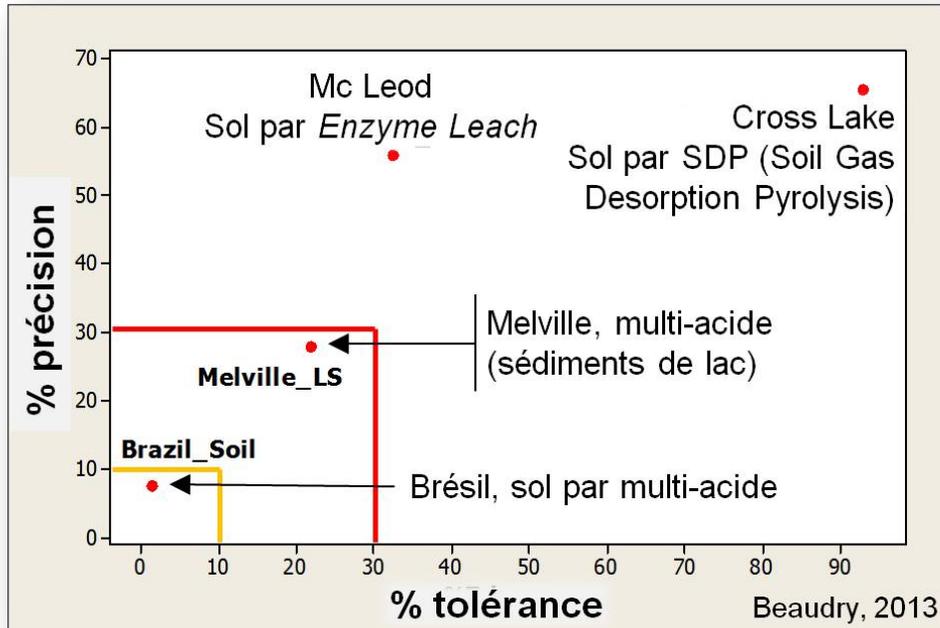
### 5.3 Exemple : comparaison de la qualité de différentes méthodes classiques de l'environnement secondaire

L'exemple présenté ici est issu d'une étude menée par Beaudry (2013b) dans laquelle sont comparées les performances de trois différents systèmes de mesure de la teneur en cuivre des sols et des sédiments de lacs et d'un système de mesure de type SDP (*Soil Desorption Pyrolysis*). Il s'agit donc :

- 1) de levés de sol par *Enzyme Leach* sur le site du gîte Mc Leod (Abitibi), une méthode d'extraction partielle ciblant les oxydes amorphes de Fe-Mn des sols ;

- 2) et 3) de levés de sol (Brésil) et de sédiments de fonds de lacs (site Melville) par la méthode classique de digestion multi-acide ;
- 4) d'un levé de sol sur le site du gîte Cross Lake (Ontario) par la méthode SDP qui mesure les teneurs en hydrocarbures bactériogéniques (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>) issus théoriquement de la désintégration des sulfures.

Les résultats sont projetés sur un diagramme de %Précision vs %Tolérance (**Figure 19**) sur lequel les lignes de contrôles 10% et 30% ont été superposées.

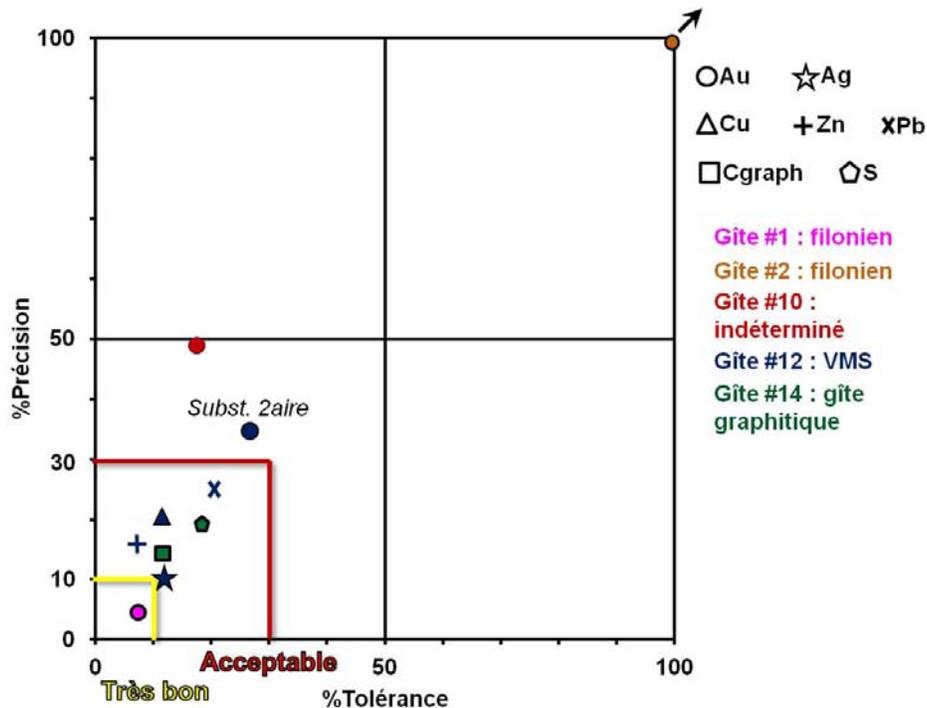


**Figure 19.** Comparaison des performances de différentes méthodes de géochimie de l'environnement secondaire par Gage R&R. Les lignes de contrôle rouge et jaune indiquent les seuils critiques standards d'acceptabilité (10% et 30%). Tiré de Beaudry, 2013b.

Cet exercice démontre très clairement que les méthodes indirectes (SDP) et de digestion partielle (*Enzyme Leach*) ont des performances largement inférieures à la méthode classique multi-acide. Les premières montrent de très faibles reproductibilités et sont inadéquates à caractériser avec fiabilité la teneur en hydrocarbures C<sub>4</sub>H<sub>10</sub> et en Cu du sol, ce qui est indiqué par des fortes valeurs des paramètres %précision et %tolérance (**Figure 19**). En revanche, l'efficacité des mesures cuprifères par la méthode multi-acide est confirmée ici tant pour les sédiments de fonds de lacs que pour les sols, puisque les valeurs obtenues sont toutes inférieures au seuil d'acceptabilité standard fixé à 30%. La performance est même excellente (<10%) pour le levé de sol.

#### 5.4 Acceptabilité des systèmes de mesure de la teneur : compilation de gîtes

Cet exercice a été reproduit pour comparer les performances des systèmes de mesure des teneurs aurifères, cuprifères et zincifères dans plusieurs gîtes appartenant à des styles gîtologiques variés. La numérotation des gîtes est identique à celle utilisée aux chapitres précédents.



**Figure 20.** Comparaison de la performance des systèmes de mesure de Au, Ag, Cu, Zn, Pb, C et S dans différents gîtes par la méthode *Gage R&R*. Les lignes de contrôle rouge et jaune indiquent les seuils critiques standards d'acceptabilité (10% et 30%). Pour chaque cas, la forme du symbole traduit la substance mesurée tandis que sa couleur indique le numéro du gîte suivant la référence présentée à droite du diagramme.

On voit à la **Figure 20** que les systèmes de mesures sont acceptables selon les critères six-sigma pour la plupart des substances et des gîtes. Seuls les systèmes de mesures de l'or présentent de piètres performances à l'exception du gîte #1 qui, comme on l'a vu au chapitre précédent, a de fortes affinités avec un style en remplacement en dépit d'une disposition en veines d'extension-cisaillement plus indicatrice d'un style filonien. Dans le cas des gîtes filoniens, la faible performance découle directement des problèmes d'hétérogénéité de la teneur aurifère causée certainement en grande partie par la présence d'or libre. Plus la granulométrie de l'or sera grosse plus l'effet pépète sera fort et plus faible sera la représentativité des échantillons et par conséquent la qualité des teneurs mesurées. Dans un minerai formé en remplacement, la présence d'or libre devrait être moins importante et l'or, associé davantage à la précipitation de la pyrite et/ou de l'arsénopyrite, devrait se trouver en inclusions dans ces derniers, ce qui est le cas du gîte #1. Ceci se traduit habituellement par une relation quantitative intime entre ces sulfures et la teneur aurifère. Dans ces cas, l'homogénéité de la teneur est bien meilleure, de même que la représentativité des échantillons, si bien que l'erreur de précision associée aux mesures est plus faible. Il est donc tout à fait concevable que les systèmes de mesure de l'or dans un minerai formé en remplacement donnent une meilleure performance que celui de l'or libre d'un minerai filonien. Le gîte #2 est le cas classique d'un gîte filonien dans lequel l'or est libre et grossier. On voit ici que la performance de ce gîte est extraordinairement faible (%précision et %tolérance > 100%). Dans ce cas, le calcul même de l'erreur totale est complexe puisque l'erreur n'évolue pas linéairement avec la teneur (voir chapitre précédent).

---

## 6 CONCLUSIONS, RECOMMANDATIONS

---

Les sources d'erreur de justesse – biais analytique et contamination – sont souvent ponctuelles, reliées à des erreurs de procédure. Par conséquent, la justesse doit être contrôlée en continu afin de surveiller le bon déroulement des procédures. C'est la vocation principale des échantillons *blancs* et des standards, qui jouent en quelque sorte le rôle de *vigiles*. Il s'agit ici d'acquérir une confiance dans la justesse du système de mesure en surveillant de manière continue le bon déroulement des procédures.

Inversement, l'essentiel de l'imprécision des mesures est pour sa part inhérent à la nature intrinsèque hétérogène du signal géologique. Il peut donc demeurer élevé même lorsqu'aucune fausse manipulation n'est commise. Il est donc primordial de disposer d'une appréciation globale de la précision du système de mesure compte-tenu de cette hétérogénéité primaire. Ceci ne peut être obtenu que par insertion de duplicatas.

### ***Tendances convergentes***

L'estimation de la justesse et le contrôle de la contamination sont bien ancrés dans les usages : l'insertion de *blancs* et de standards est généralisée dès les premiers stades d'exploration, les taux d'insertion pratiqués sont globalement satisfaisants selon les recommandations des spécialistes même si des variations importantes sont notées, et les méthodes de validation employées sont conventionnelles et adéquates.

En contrepartie, la précision n'est pas surveillée aux stades d'exploration peu avancés et, même aux stades avancés, son estimation rigoureuse est peu courante. L'insertion de duplicatas est loin d'être généralisée, et les méthodes de validation pratiquées sont souvent peu efficaces. Ceci dénote une lacune importante sur le contrôle de l'erreur, qui peut être améliorée par la généralisation de l'usage de méthodes de validation avancées décrites dans cette étude :

- 1) calcul de l'erreur par la méthode Howarth & Thompson (modifiée Stanley 2003, 2006) ;
- 2) analyse séquentielle de la distribution de l'erreur aux différentes étapes du système de mesure par l'insertion de plusieurs types de duplicatas, permettant de cibler les étapes à haute incertitude sur lesquelles les efforts d'améliorations devront être concentrés ;
- 3) validation globale de l'adéquation des systèmes de mesure par *Gage R&R*.

### ***Tendances divergentes***

Les taux d'insertion des *blancs* et des standards varient beaucoup d'une compagnie à l'autre : un facteur 3 environ pour les standards et pour les *blancs* un facteur 7 (projets peu avancés) et un facteur 4 (avancés). Ces taux sont établis selon l'expérience des pratiquants, intuitivement, ils ne sont pas indexés sur une caractéristique du système de mesure. Puisque ces échantillons de contrôle ont essentiellement pour vocation de surveiller le bon déroulement des procédures (contamination et mauvaise calibration analytique), leur taux d'insertion dénote surtout le degré de confiance des pratiquants dans la gestion des procédures et en particulier envers leur laboratoire.

L'insertion de duplicatas (projets avancés) est aussi très hétérogène : de 0 à 5% pour les duplicatas de roche et de 0 à 15% pour les duplicatas de pulpe/rejet. Ici, une optimisation des taux est possible. 1) Dans un premier temps, il faut évaluer la situation, le terrain : estimer la précision du système de mesure mis en place en récupérant avec un taux élevé un minimum de 64 échantillons de duplicatas des trois types différents (sachant que les duplicatas de rejet et de pulpe sont pratiqués par la plupart des laboratoires, il suffit d'insérer des duplicatas de carotte et de demander les résultats du QA/QC du laboratoire). Il peut être nécessaire en pratique de prendre plus de 64 échantillons puisque les valeurs à faible résolution (proche de la limite de détection LD, typiquement <10LD) devront être éliminées du calcul. 2) Si l'analyse de l'erreur donne des résultats satisfaisants, réduire les taux à un mode

*surveillance*, adaptés selon le degré de satisfaction. En revanche, si l'analyse de l'erreur donne des résultats non satisfaisants, il est impératif de modifier les procédures si cela est financièrement possible. Encore une fois, une analyse séquentielle de l'erreur par combinaison de plusieurs types de duplicatas permettra de concentrer les efforts sur les étapes à haute incertitude de la chaîne d'acquisition de données.

D'autre part, la ré-analyse des échantillons minéralisés (stades avancés) varie de 0 à 100%. Les taux de soumission à un deuxième laboratoire (arbitrage) varient de 0 à 10%, une compagnie préférant soumettre seulement les échantillons minéralisés à hauteur de 20%. La ré-analyse partielle des échantillons minéralisés par une 2<sup>ème</sup> méthode analytique (stades avancés) est pratiquée par 3/10 compagnies. Enfin, la vérification granulométrique du rejet par un 2<sup>ème</sup> laboratoire (PSA) est incluse dans les protocoles de 2/10 compagnies.

Aucune différence n'a été notée entre les taux d'insertion d'échantillons de contrôle pratiqués pour les projets aurifères et pour les métaux de base, ou entre différents contextes géologiques. Il est démontré dans cette étude que l'erreur totale associée aux systèmes de mesures varie drastiquement selon la substance et le contexte. Selon l'étude préliminaire réalisée (13 gîtes), l'erreur totale varie d'un gîte à l'autre entre 5 à 88% pour Au !!! et entre 3 et 12% pour Cu et Zn. Il est démontré par ailleurs que, dans tous les cas, une portion largement dominante (75 à 90%) de cette erreur est insérée très tôt dans le processus d'acquisition des données, soit à l'étape de l'échantillonnage primaire (roches). La méthode employée pour le calcul de l'erreur (Howarth & Thompson) présente toutefois certaines limitations longuement détaillées (erreur non-linéaire).

Enfin, il est à noter qu'une très faible précision globale du système de mesure n'implique pas nécessairement une très forte incertitude sur les estimés. Il est possible en effet, et cela a été observé, d'avoir lors de la production une réconciliation entre les estimés et le volume réel du gîte nettement meilleure que la précision des mesures *sensu stricto*, dont il est question dans cette étude. La relation entre les deux incertitudes n'est pas linéaire, en raison des effets d'échelle sur l'hétérogénéité du signal aurifère. L'incertitude sur les mesures ponctuelles ne se transmet pas linéairement sur la distribution statistique globale des valeurs au sein d'un corps minéralisé, et cette distribution peut être statistiquement fidèle à la réalité en dépit d'une très forte incertitude sur les analyses ponctuelles d'échantillons. Ceci est lié au fait que plus le nombre d'analyses sur un même corps minéralisé est grand (sur une même lentille), plus les erreurs positives et négatives tendent à s'annuler, et plus la distribution générale obtenue est statistiquement fiable. Si le corps est bien circonscrit dans l'espace, son volume bien défini, une distribution statistique bien contrainte des teneurs pourra permettre de fournir des estimés de qualité en dépit de l'imprécision associée aux analyses ponctuelles. Pour ce faire, il est impératif cependant de disposer d'une quantité suffisante d'analyses ponctuelles, quantité qui devra être ajustée dépendamment de la précision du système de mesure : plus celle dernière est faible, plus le nombre d'analyses ponctuelles requis pour bien contraindre la distribution statistique est important.

Il est recommandé ici de poursuivre ce type de travail afin 1) de mieux documenter l'imprécision des systèmes de mesure en compilant plus de cas dans des contextes métallogéniques variés ; 2) de développer des méthodes robustes permettant une estimation fiable de la précision en tous contextes, utilisables en routine par les pratiquants. Enfin, il apparaît primordial de sensibiliser les pratiquants sur l'impact des problèmes de précision et l'importance de bien les caractériser par l'insertion systématique de duplicatas à toutes les étapes de séparation combinée à l'usage de méthodes avancées pour en interpréter les résultats.

---

## REMERCIEMENTS

---

Ce travail a été réalisé en collaboration avec Charles Beaudry, qui est remercié ici pour sa grande disponibilité, donnant toujours lieu à des discussions très fructueuses. Sont remerciés aussi pour leur disponibilité Robert Banville (Midland), Daniel Adam (Mines Richmont), Clément Dombrowski (Anglo American), Daniel Doucet (Agnico-Eagle), Benoit Lafrance et Guillaume Mathieu (Focus Graphite), Daniel Boulianne (Arianne Phosphate), Jérôme Lavoie (Mines Virginia), Laury Schmitt (SOQUEM), Lucy Potter (GLENCORE) et Gilles Carrier (Hecla).

---

## RÉFÉRENCES

---

- Abzalov, M., 2011. Sampling errors and control of assay data quality in exploration and mining geology. Applications and Experiences of Quality Control, Ognyan Ivanov (Ed.), ISBN: 978-953-307-236-4, 704 p.
- Bazin, C., Hodouin, D., Blondin, R. M., 2013. Estimation of the variance of the fundamental error associated to the sampling of low grade ores. International Journal of Mineral Processing, Volume 124, p. 117-123.
- Beaudry, C., 2003. Drill core sampling and analysis protocols. Noranda Inc.
- Beaudry, C., 2013a. Contrôle de la qualité en exploration minière et vérification de laboratoire. Formation donnée à l'UQAT, Rouyn-Noranda, Canada.
- Beaudry, C., 2013b. Interpretation of Partial/Selective Extraction Soil Geochemical Survey Results: Why is it so Frustrating?, 26th International Applied Geochemistry Symposium Incorporating the 35th New Zealand Geothermal Workshop, Rotorua, New Zealand.
- Bloom, L., 2002. Analytical Services and QA/QC. Society of Exploration Geologists.
- Bloom, L., 2012. Quality Assurance and Quality Control, in From the core barrel to a resource estimate : A review of current best practices. PDAC, Toronto, Canada.
- Clifton, H.E., Hunter, R.E., Swanson, F.J., Phillips R.L., 1969. Sample size and meaningful gold analysis. US Geological Survey, Professional Paper 625-C., U.S. Government Printing Office, Washington, D.C.
- Cook, S., 2008. Geochemistry in Base Metal and Gold Exploration : Quality Control in the Field and the Lab. Irish Association for Economic Geology Meeting, Kilkenny, Irlande.
- Francois-Bongarçon, D., 1993. The practise of the sampling theory of broken ore. CIM Bulletin, Vol. 86, No. 970, p. 75-81, ISSN 0317-0926.
- Francois-Bongarçon, D., 1998. Error variance information from paired data: applications to sampling theory. Exploration and Mining Geology, Vol. 7, No. 1-2, p. 161-165, ISSN 0964-1823.
- François-Bongarçon, D., 2004. Theory of sampling and geostatistics: an intimate link. Chemom. Intell. Lab. Syst. vol. 74, p. 143-148.
- François-Bongarçon, D., Gy, P., 1999. The most common error in applying 'Gy's formula' in the theory of mineral sampling and the history of the liberation factor. Australian Journal of Mining, p. 34-36.
- Francois-Bongarçon, D., Gy, P., 2001. The most common error in applying "Gy's formula" in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor. In: Mineral resource and ore reserve estimation – the AusIMM guide to good practice, A. C. Edwards (Ed.), p. 67-72, AusIMM, ISBN 1-875776-80-X, Melbourne.
- Horvath, A.S., 2007. QA/QC analyses of the Discovery Project. PowerPoint file prepared by A.S. Horvath Consulting, 39 slides, dans Pelletier, C., 2009. Technical report on the scoping study and mineral resource estimate for the discovery project. Rapport NI 43-101 rédigé par InnovExplo Consulting Firm.
- Méndez, A.S., 2011. A Discussion on Current Quality-Control Practices in Mineral Exploration, in Applications and Experiences of Quality Control, Ognyan Ivanov (Ed.), ISBN: 978-953-307-236-4, 704 p.
- Nichol, I., Closs, L.G., Lavin, O.P., 1989. Sample representativity with reference to gold exploration. Garland, G. D., ed., Proceedings of Exploration '87, Ontario Geological Survey, Special Vol. 3, p. 609-624.

- Spijker, J., 2005. Geochemical patterns in the soils of Zeeland : natural variability versus anthropogenic impact. Mémoire de Ph.D., Université d'Utrecht, Pays-Bas.
- Stanley, C.R., 2003. THPLOT.M: A MATLAB Function to Implement Generalized Thompson-Howarth Error Analysis Using Replicate Data. Computers and Geosciences. Vol. 29, No. 2, p. 225-237.
- Stanley, C.R., 2006. On the Special Application of Thompson-Howarth Error Analysis to Geochemical Variables Exhibiting a Nugget Effect. Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis, Vol. 6, pp. 357-368.
- Stanley, C.R., Smee, B.W., 2007. Strategies for Reducing Sampling Errors in Exploration and Resource Definition Drilling Programs for Gold Deposits. Geochemistry: Exploration, Environment, Analysis, Vol. 7, No. 4, p. 329-340.
- Thompson, M., Howarth, R., 1978. A new approach to the estimation of analytical precision. Journal of Geochemical Exploration, Vol. 9, No. 1, p. 23-30, ISSN 0375-6742.
- Trépanier, S., 2007. Identification de domaines géochimiques à partir des levés régionaux de sédiments de fond de lacs. Rapport CONSOREM 2004-09, 88 p.