



CBPA-1

Minério de Sulfetos de Cobre (Sossego, Pará)

Certificado original: Dezembro, 2007
Revisão: Setembro, 2016

O CBPA-1 é uma amostra de minério de sulfetos de cobre proveniente da região de Sossego, localizada no Estado do Pará, Brasil. A matéria prima foi seca ao ar, britada e pulverizada para passar na peneira de 0,075 mm e, posteriormente, homogeneizada. Este material de referência é adequado ao uso no desenvolvimento, validação e controle da qualidade de métodos analíticos e na calibração de equipamento de medição, para determinação de cobre e outros constituintes em sulfetos minerais. Uma unidade de CBPA-1 consiste em 135 g de minério em pó embalado em atmosfera de nitrogênio em frasco de vidro e selado a vácuo em sachê de cromopel aluminizado.

Este material foi certificado por meio de um programa interlaboratorial incluindo vinte laboratórios especializados nesta área, utilizando métodos de sua escolha. A técnica de análise de variância de fator único [1] foi empregada para estimar a média geral e componentes de variabilidade. A atribuição de valores de propriedade certificados foi determinada pela qualidade dos dados com base em aspectos, tais como, o mínimo de dez grupos de dados aceitos, relação entre os componentes de variabilidade entre grupos e interna menor ou igual a 3 e percentagem de grupos de dados rejeitados inferior a 15% [2]. A incerteza declarada é uma incerteza expandida, com fator de abrangência 2, estimada pela combinação dos componentes de incerteza devido a não homogeneidade do lote e à caracterização do lote [3].

Valores Certificados

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetitividade [1]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra mínima (g) ¹	Métodos analíticos
Al ₂ O ₃	% m/m	10,10 ± 0,13	1,8E-01	2,3E-01	14	0,1	a; e; p; s; u; v
CaO	% m/m	2,966 ± 0,068	6,1E-02	1,3E-01	16	0,1	a; e; n; p; t; u
Co	mg/kg	78 ± 2,6	2,8E+00	4,9E+00	15	0,1	a; e; q; u; v
Cr	mg/kg	26 ± 2,6	2,9E+00	3,8E+00	10	0,1	e; p; u; v
Cu	% m/m	0,978 ± 0,013	1,4E-02	3,0E-02	23	0,1	a; e; f; n; p; u; v
Fe ₂ O ₃	% m/m	16,45 ± 0,15	1,9E-01	2,9E-01	17	0,1	a; e; g; n; p; t; u; v
K ₂ O	% m/m	1,853 ± 0,050	5,7E-02	8,6E-02	13	0,2	b; c; e; p; u; v
MgO	% m/m	3,288 ± 0,034	6,0E-02	5,5E-02	13	0,1	a; e; n; p; u
Mn	% m/m	0,0578 ± 0,0016	1,3E-03	3,2E-03	16	0,1	a; e; n; p; u; v
Na ₂ O	% m/m	1,423 ± 0,028	3,8E-02	4,9E-02	13	0,2	b; c; e; p; u; v
Ni	mg/kg	276 ± 10	6,8E+00	2,0E+01	15	0,1	a; e; f; p; q; u; v
P ₂ O ₅	% m/m	1,000 ± 0,032	2,7E-02	5,5E-02	12	0,1	d; e; p; s; u
Zn	mg/kg	126 ± 5,4	4,3E+00	1,1E+01	17	0,1	a; e; f; n; q; u; v

¹menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial.

INFORMAÇÃO ADICIONAL SOBRE A COMPOSIÇÃO

Valores de propriedade não certificados são fornecidos apenas como informação. Valores indicativos foram atribuídos a valores de propriedades derivados de, pelo menos, oito grupos de dados que não atenderam a um critério específico requerido para certificação, mas cuja incerteza é adequada ao uso pretendido.

Valores Indicativos

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetitividade [1]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra mínima (g) ^{*1}	Métodos analíticos
Mo	mg/kg	10 ± 3	1,5E+00	4,3E+00	10	0,1	a; e; q; u
Pb	mg/kg	33 ± 5	3,0E+00	6,3E+00	8	0,2	a; e; f; p; q; u
SiO ₂	% m/m	56,4 ± 0,5	2,4E-01	8,0E-01	10	0,1	n; o; p; u
Sr	mg/kg	67 ± 2	2,4E+00	5,8E+00	8	0,2	e; q; u
Ti	% m/m	0,35 ± 0,01	5,9E-03	1,9E-02	10	0,1	a; e; n; p; u

*1menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial.

Valores Informativos

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Intervalo das médias dos grupos de dados	No. grupos de dados	Métodos analíticos
As	mg/kg	9	0,8 – 43	30	e; f; u
Au	mg/kg	0,17	0,09 – 0,5	27	f; k; l; m
Ba	mg/kg	478	457 - 509	15	q; u
C	% m/m	0,16	0,14 – 0,18	30	j; p
Cd	mg/kg	3,0	0,3 - 4	15	a; e; f
Ce	mg/kg	427	399 - 467	35	e; q; u; v
Cu solúvel	% m/m	0,5	0,4 – 0,8	29	a; e
F	mg/kg	708	400 - 1103	25	r; s
Ga	mg/kg	22,2	19 - 26	15	q; u
La	mg/kg	267	239 - 322	40	e; p; q; u; v
Nb	mg/kg	10	6 - 17	20	e; q; u
Nd	mg/kg	143	111 - 156	20	q; u; v
Rb	mg/kg	101	81 - 120	35	e; q; u; v
S	% m/m	0,16	0,14 – 0,20	39	i; j; p; u
Sc	mg/kg	16	14 - 22	20	p; u; v
Sm	mg/kg	20	18 - 43	23	q; u; v
Sn	mg/kg	7,0	4 - 11	15	q; u
Ta	mg/kg	5	0,7 - 12	19	e; q; u; v
Th	mg/kg	25	22 - 70	35	e; q; u; v
U	mg/kg	41	33 - 52	35	e; q; u; v
V	mg/kg	168	155 - 188	25	e; q; u
Y	mg/kg	69	48 - 78	20	e; q; u
Zr	mg/kg	149	2 - 167	27	e; p; q; u
Perda de massa, 1000 °C	% m/m	3,8	3,4 – 4,9	45	h

A composição mineralógica do CBPA-1 foi identificada por difração de raios X (DRX). O material é composto de quartzo, anfíbios, clorita, plagioclásio e magnetita. Calcopirita, pirita e fluorapatita foram identificadas como minerais abundantes.

INSTRUÇÕES PARA USO

As análises devem ser realizadas em amostras “tal qual”, sem secagem prévia. O conteúdo do frasco deve ser misturado (por rolamento do frasco) antes de se retirar as amostras. A massa das amostras utilizadas para análise deve ser maior que a quantidade mínima especificada para os valores de propriedade certificados e indicativos. Evite exposição prolongada ao ar. Feche bem o frasco após amostragem. Quando da utilização frequente, parte do material deve ser acondicionada em um peso filtro, com tampa entreaberta, e mantida dentro de um dessecador sob vácuo.

ARMAZENAMENTO

A embalagem selada deve ser armazenada à temperatura ambiente, em local seco. Após abertura da embalagem, conservá-la dentro de um dessecador sob vácuo ou embalar-la a vácuo em sachê aluminizado, para minimizar a oxidação e absorção de umidade.

SITUAÇÃO DE RISCO

Este material contém partículas finas de minerais. Evite dispersão, exposição ao pó por inalação, contato com os olhos ou contato com a pele. Descarte o resíduo do material de acordo com a regulamentação pertinente para resíduo químico inorgânico e mineralógico.

NÍVEL DE HOMOGENEIDADE

Para avaliar a homogeneidade, trinta unidades foram selecionadas do lote de CBPA-1 utilizando amostragem estratificada aleatória. Em cada unidade, foram realizadas medições em triplicata, sob condições de repetitividade, por pastilha fundida (0,5 g de amostra) / espectrometria de fluorescência de raios X. A técnica de análise de variância de fator único foi empregada para calcular os desvios padrão interno e entre unidades. O componente de incerteza devido a não homogeneidade do lote, expresso como porcentagem do valor certificado, é inferior a 5 %.

NÍVEL DE ESTABILIDADE

O CBPA-1 pode ser considerado estável. Tendo como base a experiência prévia com o tipo de matriz e análises químicas e mineralógicas anteriores, não é prevista a deterioração desde que o material seja manuseado e armazenado de acordo com as instruções fornecidas neste certificado.

RASTREABILIDADE METROLÓGICA

No processo de caracterização por meio de programa interlaboratorial, a seleção dos métodos de medição bem como dos respectivos padrões de calibração foi realizada com base na decisão de cada laboratório participante. Como consequência desta abordagem, uma cadeia de rastreabilidade metrológica para cada valor de propriedade atribuído (combinação de um número de resultados) não pode ser descrita facilmente, mas é esperado que as fontes independentes de tendência estejam incluídas. Portanto, o consenso demonstrado pelas medições independentes resultantes de diferentes métodos, padrões de calibração e etapas de validação utilizando materiais certificados previamente, resulta em valores certificados que são rastreados metrologicamente às unidades de massa e quantidade de substância do SI.

MÉTODOS ANALÍTICOS

- a digestão ácida / espectrometria de absorção atômica com chama
- b digestão ácida / espectrometria de emissão com chama
- c digestão ácida / fotometria com chama
- d digestão ácida / gravimetria
- e digestão ácida / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- f digestão ácida / espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado
- g digestão ácida / titulometria
- h calcinação / gravimetria
- i combustão / gravimetria
- j combustão / espectrometria no infravermelho
- k fusão e copelação / espectrometria de absorção atômica com chama

- l fusão e copelação / gravimetria
- m fusão e copelação / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- n fusão / espectrometria de absorção atômica com chama
- o fusão / gravimetria
- p fusão / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- q fusão / espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado
- r fusão / eletrodo de íon seletivo
- s fusão / espectrofotometria
- t fusão / titulometria
- u pastilha fundida / espectrometria de fluorescência de raios X
- v análise instrumental de ativação neutrônica

LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

- Acme Analytical Laboratories Ltd., Vancouver, Canada
- Alfred H. Knight Ltd. International - Minera Valle Central and Faena Los Pelambres Laboratories, Santiago, Chile
- Alfred H. Knight Ltd. International, St. Helens, UK
- ALS Chemex, North Vancouver, Canada
- Anglo Research - Crown Mines, Johannesburg, South Africa
- Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe - Geochemie, Hannover, Germany
- Canada Center for Mineral and Energy Technology - Mining and Mineral Sciences Laboratories - Analytical Service Group, Ottawa, Canada
- Caraíba Metais S/A - Divisão de Desenvolvimento da Qualidade, Dias d'Ávila, Brasil
- Central Geological Laboratory, Ulaanbaatar, Mongolia
- Centro de Estudios, Medicion y Certificacion de Calidad Ltda - Departamento de Química y Minerales, Santiago, Chile
- Centro de Investigaciones para la Industria Minero-Metalúrgica - Caracterización de Materiales, Ciudad de la Habana, Cuba
- Centro de Tecnologia Mineral - Coordenação de Análises Mineraias, Rio de Janeiro, Brasil
- Comisión Chilena de Energía Nuclear - Laboratorio de Análisis por Activación Neutrónica, Santiago, Chile
- Compañía Contractual Minera Candelaria - Departamento Químico, Copiapó, Chile
- Vale – Departamento de Desenvolvimento de Projetos Mineraias - Laboratório, Santa Luzia, Brasil
- Vale – Mina do Sossego - Laboratório, Canaã dos Carajás, Brasil
- Eurotest Control JSC, Sofia, Bulgaria
- Set Point Laboratories, Johannesburg, South Africa
- SGS del Peru, Lima, Peru
- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, Brasil
- Instituto de Radioproteção e Dosimetria – Laboratório, Rio de Janeiro, Brasil
- L.A. Teixeira & Filho, Andradas, Brasil
- Mineração Rio do Norte – Laboratório Químico, Oriximiná, Brasil
- MINTEK - Analytical Services Division, Randburg, South Africa
- Novelis do Brasil Ltda - Laboratório Químico, Ouro Preto, Brasil
- Serviço Geológico Minero Argentino – Laboratório, Buenos Aires, Argentina
- SGS Geosol Laboratórios, Belo Horizonte, Brasil
- Vale – Departamento de Desenvolvimento de Projetos Mineraias - Laboratório, Santa Luzia, Brasil
- Treibacher Schleifmittel Brazil, Salto, Brasil

PERÍODO DE VALIDADE

Os valores certificados são válidos até outubro de 2029, desde que a unidade de CBPA-1 seja manuseada e armazenada de acordo com as instruções fornecidas neste certificado. Esta certificação perde a validade se o material for danificado, contaminado ou de outra forma modificado. A estabilidade do CBPA-1 será monitorada durante o período de validade. As atualizações serão publicadas no *website* do CETEM.

OUTRAS INFORMAÇÕES

O relatório de certificação é disponível mediante solicitação ao CETEM. Para detalhes quanto a interpretação de resultados de medição em materiais de referência certificados do CETEM, acesse a publicação “Guia de Aplicação 1” em www.cetem.gov.br/mrc.

RESPONSÁVEL PELA CERTIFICAÇÃO

Os aspectos técnicos e gerenciais relativos à preparação, certificação e emissão do CBPA-1 foram coordenados pelo Programa Material de Referência Certificado do CETEM.

Maria Alice Goes
Coordenadora do Programa Material de Referência Certificado

REFERÊNCIAS

- [1] ISO 5725-5:1998. Accuracy (trueness and precision) measurement methods and results – Part 5: Alternative methods for determination of the precision of a standard measurement method. International Organization for Standardization (ISO), Geneva.
- [2] Steger, H.F. “A re-assessment of the criteria for certification in CCRMP”; Geostandards Newsletter 6:1: 17-23; 1982.
- [3] ISO Guide 35:2006. Reference materials – General and statistical principles for certification. International Organization for Standardization (ISO), Geneva.