

# Certificado de Análise

## CBPA-2

### Concentrado de Sulfetos de Cobre (Mina do Sossego, Pará)

Este material de referência é uma amostra de concentrado de flotação de sulfetos de cobre proveniente da Mina do Sossego, localizada no Estado do Pará, Brasil. O CBPA-2 é adequado para análise de cobre e outros constituintes em minerais sulfetados. Ele destina-se ao uso no controle da qualidade, desenvolvimento de método analítico e calibração de equipamento de medição. O CBPA-2 está acondicionado em frasco de vidro de 150 ml contendo 170 g de concentrado seco em pó (99% menor que 74  $\mu\text{m}$ ), em atmosfera de nitrogênio, embalado a vácuo em sachê de cromopel aluminizado.

A caracterização do lote de CBPA-2 foi realizada por meio de um programa de medição interlaboratorial, com a participação de vinte laboratórios especializados nessa área. A técnica de análise de variância de fator único foi empregada para calcular a média geral e os componentes de variabilidade. A média geral foi designada como valor certificado quando para sua obtenção foram atendidos os seguintes requisitos [1]: (a) mínimo de 10 grupos de resultados; (b) relação entre os componentes de variabilidade entre-grupos e interna é menor ou igual a 3; e (c) percentagem de grupos que são rejeitados não ultrapassa 15%. A incerteza associada ao valor certificado é uma incerteza expandida, com fator de abrangência 2, estimada pela combinação dos componentes de incerteza devido à heterogeneidade entre-frascos e à caracterização do lote [2].

#### Valores Certificados

Constituinte	Unidade	Fração em Massa	Desvio-Padrão Entre-Laboratórios	Desvio-Padrão de Repetibilidade	Métodos Analíticos	Amostra Mínima <sup>1</sup> (g)
Ag	mg/kg	12 $\pm$ 1	1,9	0,64	b, f, g, n, w	0,1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	1,57 $\pm$ 0,05	0,084	0,049	b, f, p, r	0,1
CaO	%	1,21 $\pm$ 0,07	0,12	0,047	b, f, r, v	0,1
Co	mg/kg	444 $\pm$ 25	47	14	b, f, r, s, w	0,1
Cr	mg/kg	20 $\pm$ 4	5,8	2,3	b, f, r, w	0,1
Cu	%	27,9 $\pm$ 0,2	0,34	0,25	a, b, f, h, r, w	0,2
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	39,6 $\pm$ 0,8	1,6	0,58	b, f, h, r, v,	0,1
MgO	%	0,79 $\pm$ 0,04	0,062	0,028	b, f, p, r	0,1
Na <sub>2</sub> O	%	0,35 $\pm$ 0,02	0,026	0,0098	c, d, f, r, w	0,2
Pb	mg/kg	112 $\pm$ 12	18	11	b, f, g, p, r, s	0,2
Zn	mg/kg	96 $\pm$ 9	17	6,2	b, f, g, p, r, s, w	0,2

<sup>1</sup>menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial

## INFORMAÇÃO ADICIONAL SOBRE A COMPOSIÇÃO

Valores provisórios foram derivados de, no mínimo, 8 grupos de resultados que atendem ao critério de certificação com respeito à relação dos componentes de variabilidade, mesmo que a percentagem de grupos que são rejeitados seja superior a 15%. Valores informativos foram estimados com base na mediana de pelo menos 3 grupos de resultados, utilizando-se de um algoritmo robusto [3].

### Valores Provisórios

Constituinte	Unidade	Fração em Massa	Desvio-Padrão Entre-Laboratórios	Desvio-Padrão de Repetibilidade	Métodos Analíticos	Amostra Mínima (g) <sup>*1</sup>
K <sub>2</sub> O	%	0,22 ± 0,01	0,016	0,0088	c, d, f, r	0,2
Mn	mg/kg	48 ± 7	9,1	4,2	b, f, r, w	0,2
Mo	mg/kg	54 ± 4	6,5	4,7	b, f, s, w	0,2
Ni	%	0,203 ± 0,006	0,010	0,0044	b, f, r	0,1
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	%	0,38 ± 0,02	0,023	0,020	e, f, r, u	0,1
S	%	30,6 ± 0,7	0,90	0,35	e, k, l, q	0,2
SiO <sub>2</sub>	%	6,3 ± 0,1	0,18	0,11	p, r, q	0,1
Ti	%	0,060 ± 0,003	0,0042	0,0024	b, f, i, r	0,1

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

### Valores Informativos

Constituinte	Unidade	Mediana	Faixa	Número de Resultados	Métodos Analíticos
As	mg/kg	9	0,5 - 40	28	f, g, w
Au	mg/kg	8	6 - 15	33	g, m, n, o, w
C	%	0,07	0,03 - 0,1	30	r, l
Cd	mg/kg	4	0,7 - 8	15	b, f, g
Ce	mg/kg	43	37 - 51	25	f, s, w
Cu soluble	%	0,6	0,1 - 1	25	b, f
F	mg/kg	322	143 - 781	20	t
La	mg/kg	21	17 - 25	25	f, r, s, w
LOI	%	14,5	13,5 - 16,2	35	j
Se	mg/kg	38	25 - 50	30	b, f, g, w
Sm	mg/kg	3,3	2,8 - 3,8	15	s, w
Sr	mg/kg	25	9 - 32	35	f, s
Th	mg/kg	7	5 - 101	25	f, s, w
U	mg/kg	3,9	3,1 - 35	20	f, s, w
Zr	mg/kg	21	16 - 27	15	f, s

Além das análises químicas, a composição mineralógica do CBPA-2 foi determinada utilizando-se das técnicas de difração de raios X (DRX) e microscopias óptica e eletrônica de varredura, esta última com um espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de energia acoplado (MEV/EDS). O mineral predominante é calcopirita (86%). O material contém pequenas quantidades de pirita, quartzo, anfibólios, clorita, plagioclásio e talco. Os minerais magnetita, microclínio e fluorapatita foram detectados por MEV/EDS como traço.

## 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 amostras. Não é recomendado o uso de massa de amostra menor que a amostra mínima especificada para os valores certificados e provisórios.

Evite exposição ao ar. Feche bem o frasco após amostragem. O frasco deve ser armazenado em dessecador com gás inerte ou embalado a vácuo em sachê aluminizado, para minimizar a oxidação e absorção de umidade.

## SITUAÇÃO DE RISCO

CBPA-2 destina-se ao uso como material de referência analítico apenas em laboratório. O material contém partículas finas de minerais. Evite dispersão e exposição ao pó por inalação, contato com os olhos e 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, vinte frascos do lote de CBPA-1 foram selecionados utilizando-se de um plano de amostragem estratificada aleatória. De cada frasco foram preparadas três pastilhas prensadas, cada uma utilizando 0,5 g de amostra. A medição foi realizada por espectrometria de fluorescência de raios X, sob condições de repetibilidade. A técnica de análise de variância de fator único foi empregada para estimar os componentes de variabilidade. O componente de incerteza devido à heterogeneidade entre-frascos foi incluído na incerteza do valor certificado. Esta última, expressa como uma porcentagem do valor certificado, foi inferior a 5%, com exceção do Cr (9%).

## RASTREABILIDADE

Os valores certificados têm como base os dados do programa de medição interlaboratorial.

## MÉTODOS ANALÍTICOS

- a Digestão Ácida / Eletrogravimetria
- b Digestão Ácida / Espectrometria de Absorção Atômica com Chama
- c Digestão Ácida / Espectrometria de Emissão com Chama
- d Digestão Ácida / Fotometria de Chama
- e Digestão Ácida / Gravimetria
- f Digestão Ácida / Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado
- g Digestão Ácida / Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado
- h Digestão Ácida / Titulometria
- i Digestão Ácida / Espectrofotometria
- j Calcinação / Gravimetria
- k Combustão / Gravimetria
- l Combustão / Infravermelho
- m Fusão e Copelação / Espectrometria de Absorção Atômica com Chama
- n Fusão e Copelação / Gravimetria
- o Fusão e Copelação / Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado
- p Fusão / Espectrometria de Absorção Atômica com Chama

- q Fusão / Gravimetria
- r Fusão / Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado
- s Fusão / Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado
- t Fusão / Eletrodo de Íon Seletivo
- u Fusão / Espectrofotometria
- v Fusão / Titulometria
- w 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 Laboratory Group - Minerals Division - ALS Chemex, North Vancouver, Canada
- Anglo Research - Crown Mines, Johannesburg, South Africa
- Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe - B 4.1 Geochemie, Hannover, Germany
- Canada Center for Mineral and Energy Technology (CANMET) - Mining and Mineral Sciences Laboratories (MMSL) - Analytical Service Group (ASG), Ottawa, Canada
- Caraíba Metais S/A - Divisão de Desenvolvimento da Qualidade (DDQ), Dias d'Ávila, Brasil
- Central Geological Laboratory (CENGEO LAB), Ulaanbaatar, Mongolia
- Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear (CDTN) - Serviço de Química e Radioquímica, Belo Horizonte, Brasil
- Centro de Estudios, Medicion y Certificacion de Calidad Ltda. (CESMEC) - División Análisis Químico - Departamento de Química y Minerales, Santiago, Chile
- Centro de Investigaciones para la Indústria Minero-Metalúrgica (CIPIMM) - Caracterización de Materiales, Ciudad de la Habana, Cuba
- Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) - Coordenação de Análises Mineraias (COAM), Rio de Janeiro, Brasil
- Comisión Chilena de Energía Nuclear (CCHEN) - Laboratorio de Análisis por Activación Neutrónica, Santiago, Chile
- Compañía Contractual Minera Candelaria - Departamento Químico, Copiapó, Chile
- VALE - Centro de Desenvolvimento Mineral (CDM) - Gerência de Mineralogia e Química (GAMIK), Santa Luzia, Brasil
- VALE - Mina do Sossego - Laboratório Químico do Sossego, Canaã dos Carajás, Brasil
- Eurotest Control PLC, Sofia, Bulgaria
- Set Point Laboratories, Johannesburg, South Africa
- SGS del Peru S.A.C., Lima, Peru

## PERÍODO DE VALIDADE

Os valores certificados são válidos até dezembro de 2015, desde que o CBPA-2 seja utilizado de acordo com as instruções fornecidas neste certificado. A estabilidade do material será monitorada durante o período de validade. As atualizações estarão disponíveis no web site do CETEM.

## OUTRAS INFORMAÇÕES

O relatório de certificação descrevendo os procedimentos de preparação e certificação usados para o CBPA-2 pode ser obtido mediante solicitação ao CETEM.

## RESPONSÁVEL PELA CERTIFICAÇÃO

O CETEM preparou e avaliou estatisticamente os dados analíticos do programa de medição interlaboratorial para a certificação do CBPA-2.



Maria Alice Goes

Programa Materiais de Referência Certificados - Coordenadora

## REFERÊNCIAS

- [1] H.F. Steger, "A re-assessment of the criteria for certification in CCRMP", Geostandards Newsletter, 6, 1, 1982, pages 17-23.
- [2] ISO Guide 35: 2006, "Reference materials – General and statistical principles for certification", International Organization for Standardization (ISO), Geneva.
- [3] ISO 5725-5: 1994, "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.