

Produção de Materiais de Referência Certificados de Amostras Minerais com base em Programas Interlaboratoriais

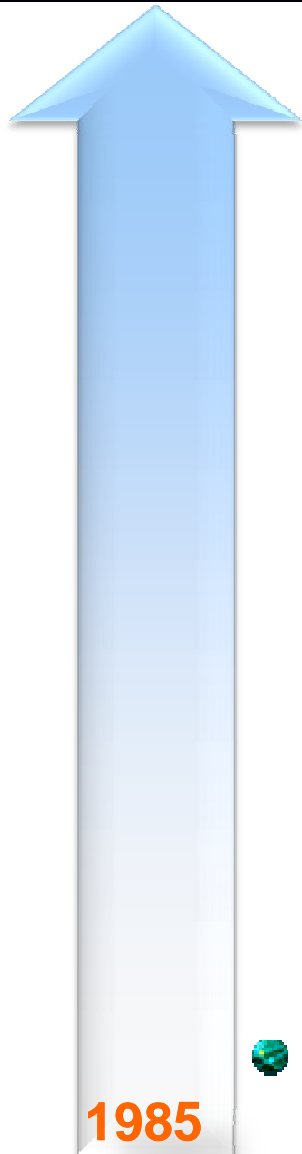
Maria Alice Cabral de Goes, DSc.
Centro de Tecnologia Mineral – CETEM
Ministério da Ciência e Tecnologia

Produção de Materiais de Referência Certificados de Amostras Minerais com base em Programas Interlaboratoriais

CETEM
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Ministério da Ciência
e Tecnologia

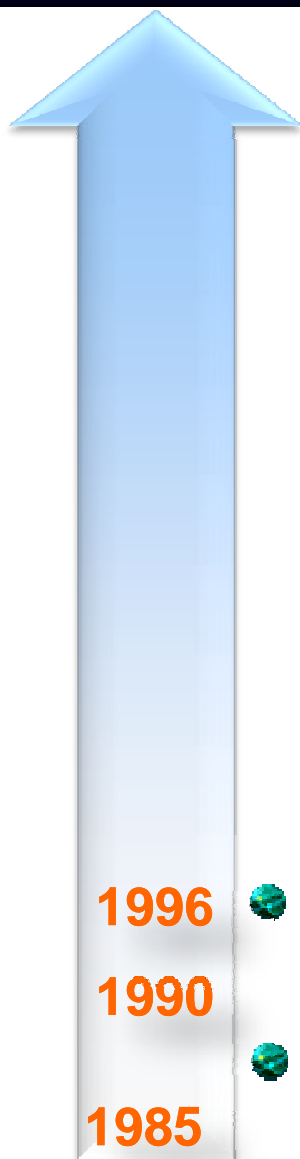





1985



MR – carvão mineral
MR - minério de ouro

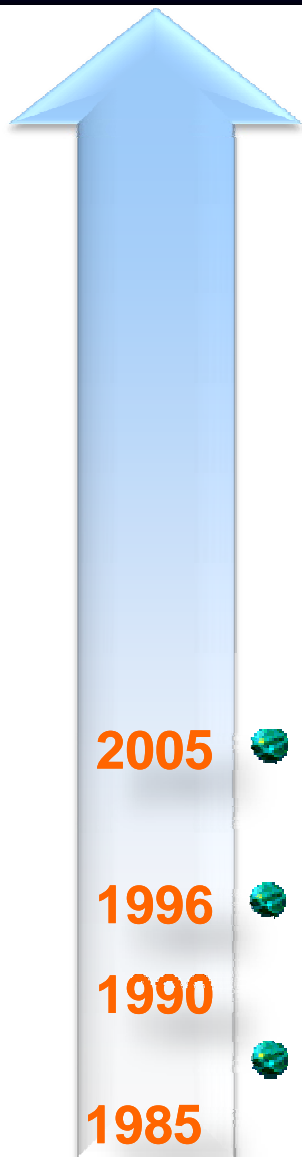


1996  **MR sob encomenda**

1990
 MR – carvão mineral
MR - minério de ouro

1985

Histórico



2005 ● Laboratório de Materiais de Referência

1996 ● MR sob encomenda

1990 ● MR – carvão mineral
MR - minério de ouro

1985





2006 ● Programa Materiais de Referência Certificados - PMRC

2005 ● Laboratório de Materiais de Referência

1996 ● MR sob encomenda

1990 ● MR – carvão mineral
MR - minério de ouro

1985



2006 ● **BXPA-1**

● Programa Materiais de Referência Certificados - PMRC

2005 ● Laboratório de Materiais de Referência

1996 ● MR sob encomenda

1990 ● MR – carvão mineral
MR - minério de ouro

1985



Histórico



2007

- Solo contendo U e Th (IRD - IAEA)
- Sedimento contendo TPH (PUC-RJ - IAEA)



2006

- BXPA-1
- Programa Materiais de Referência Certificados - PMRC

2005

- Laboratório de Materiais de Referência

1996

- MR sob encomenda

1990

- MR – carvão mineral
- MR - minério de ouro

1985



Histórico



2007



CBPA-1 e CBPA-2

Solo contendo U e Th (IRD - IAEA)



Sedimento contendo TPH (PUC-RJ - IAEA)

2006



BXPA-1



Programa Materiais de Referência Certificados - PMRC

2005



Laboratório de Materiais de Referência

1996



MR sob encomenda

1990



MR – carvão mineral

MR - minério de ouro

1985

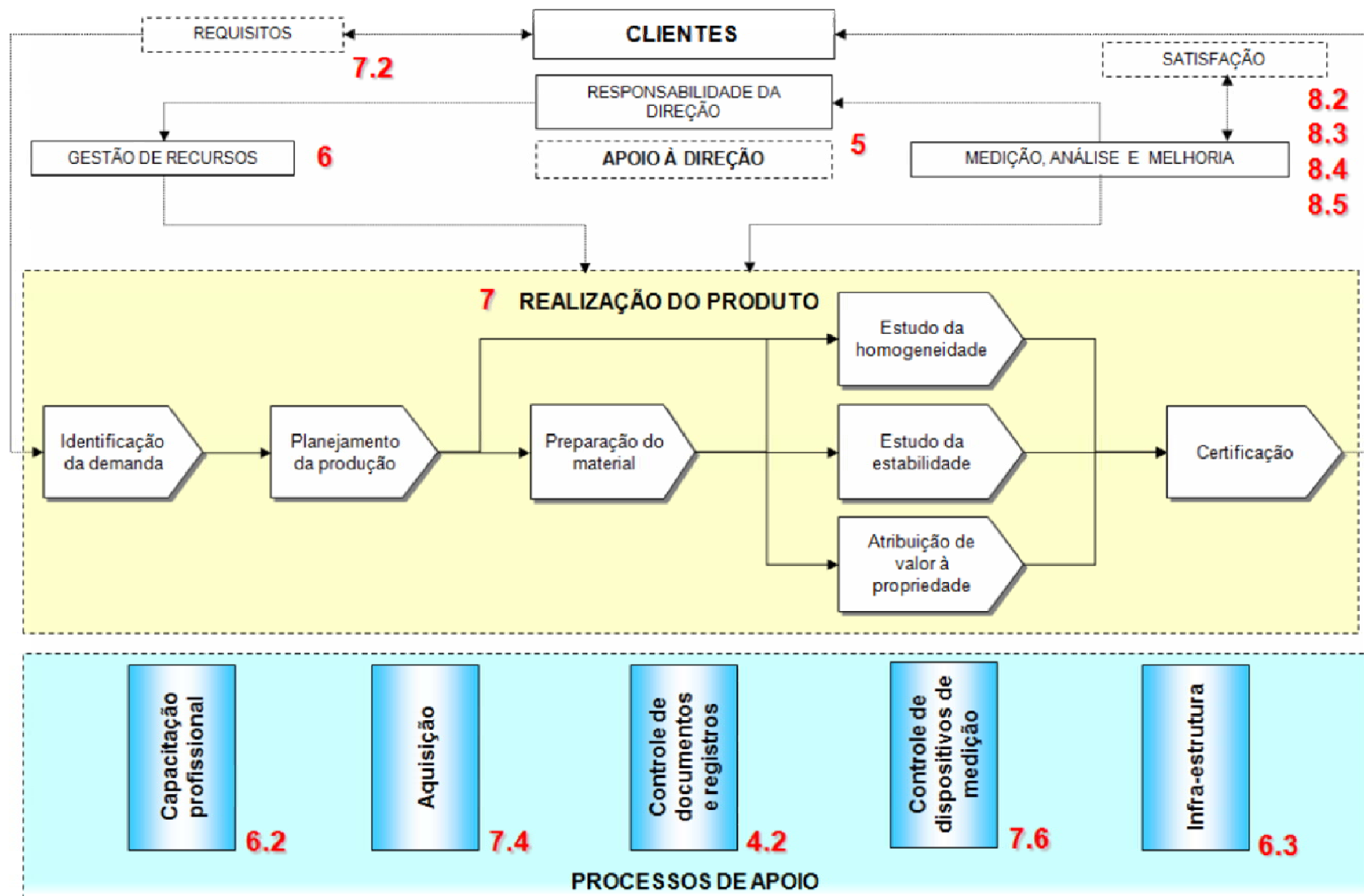


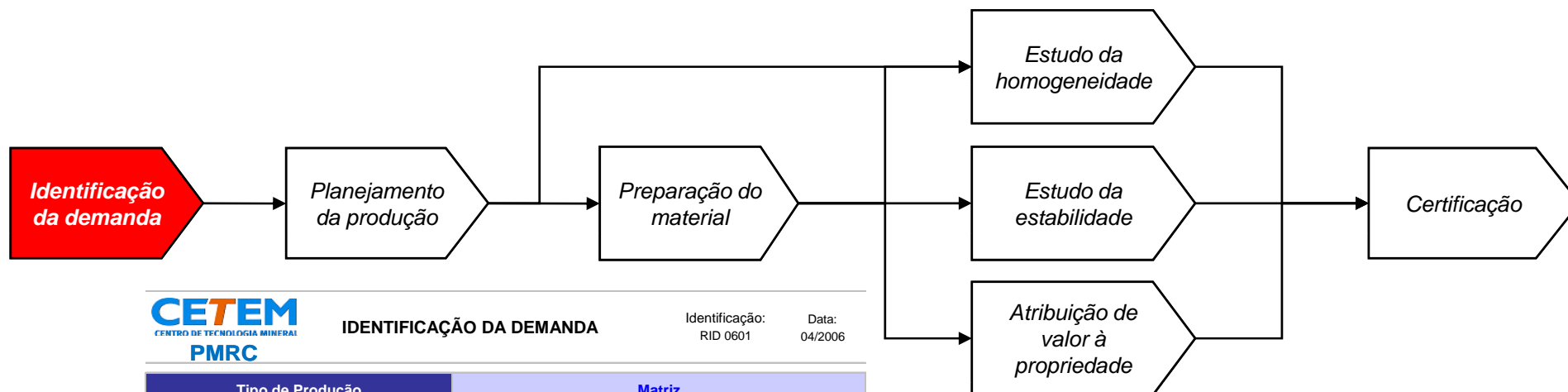
Histórico



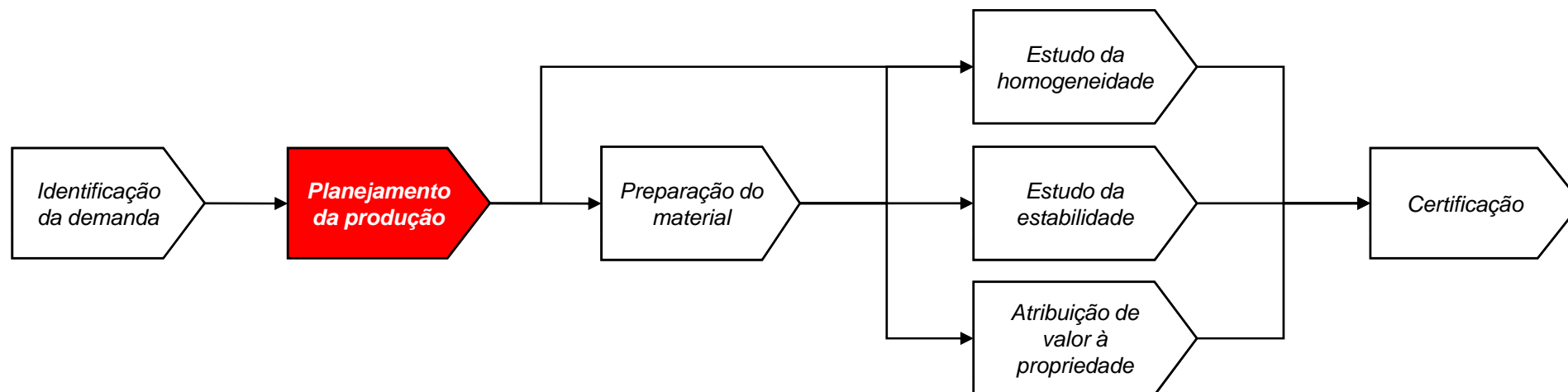
O CETEM produz materiais de referência certificados de amostras minerais, buscando a satisfação dos clientes em conformidade com os requisitos das ISO Guia 30, 31, 34 e 35.

Compromete-se com o aprimoramento dos seus processos, adotando princípios de confiabilidade metrológica e a gestão eficaz das competências dos seus profissionais.





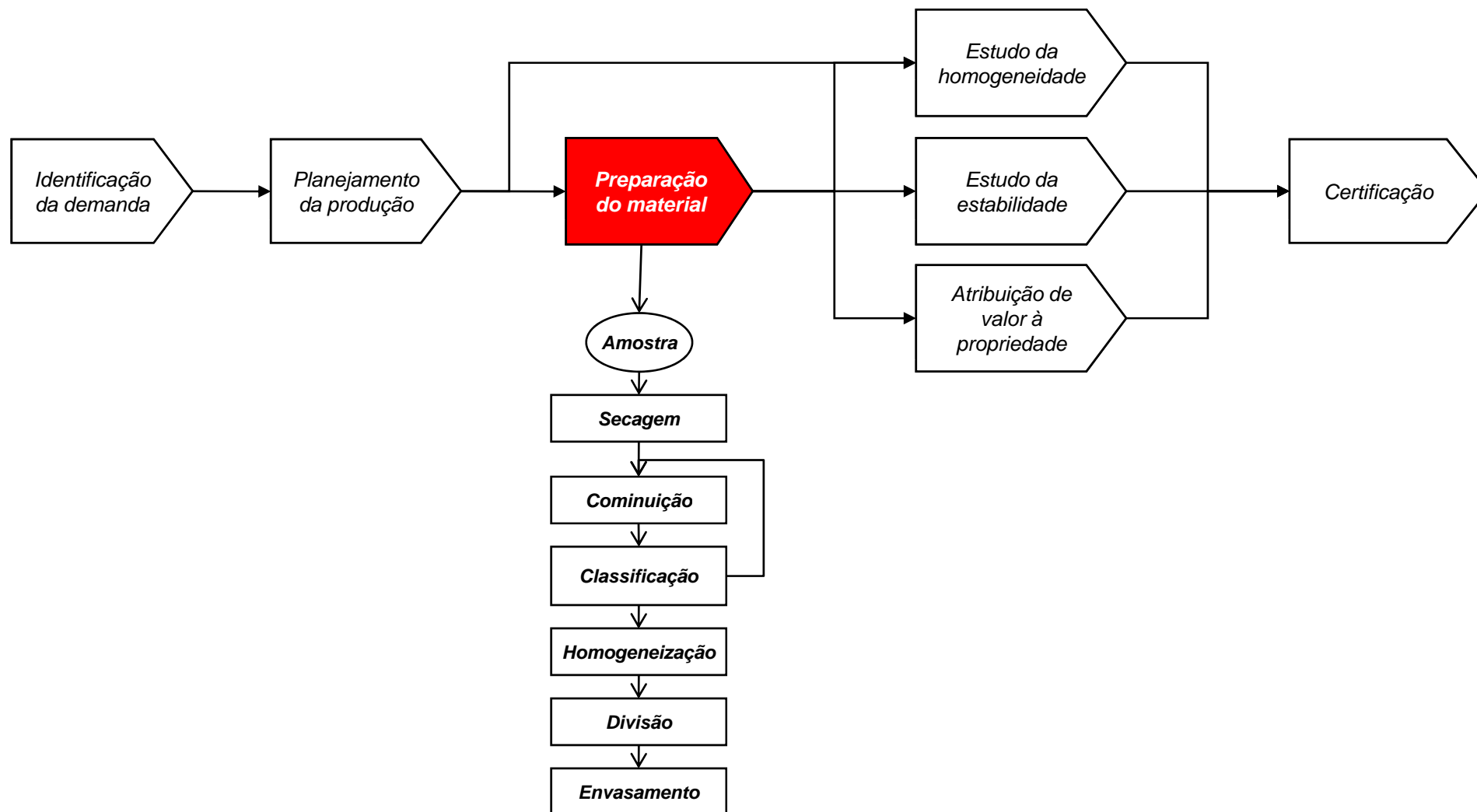
Tipo de Produção		Matriz		
CETEM		Concentrado de sulfetos de cobre		
Unidade MR	Massa	Granulometria	Embalagem	
	100 g	< 0,074 mm (200# Tyler)	Frasco vidro 150 ml	
Amostra Original	Fornecedor Potencial	Massa	Granulometria	
	Mina do Sossego/VALE	100 kg	< 1 mm produto da flotação	
Requisitos Especiais	Material	Cuidado	Embalagem	
	presença de sulfetos	secar temperatura ambiente	atmosfera inerte; vácuo	
Laboratórios Potenciais	Comerciais	ALS Chemex; Acme; SGS		
	Centro de Pesquisas	CETEM; CDTN; CDM/VALE; BAM; CANMET; USGS; MINTEK;CCHEN		
	Empresas de Mineração e Metalurgia	Sossego/VALE; Caraiba Mineração; Caraiba Metais; CODELCO		
	Universidades	UFRJ; UNICAMP		
	Outros			
Constituinte	Nível de Concentração	Unidade	Método Analítico	Comentários
Cu	25 a 36	%	AD/TIT	
Cu solúvel	0,05 a 2	%	AD/FAA	
Cloreto	50 a 300	ppm	AD/TIT	



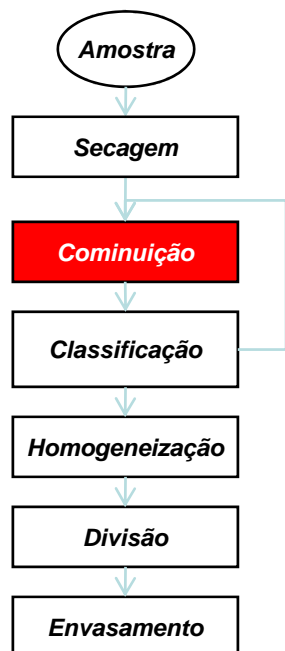
Responsável	CBPA-2	Concentrado de sulfetos de cobre (Mina do Sossego - PA)				
	ETAPAS	DESCRIÇÃO	DETALHAMENTO	Documentação	Início	Fim
		Preparação do Material				
CO	1	Solicitar matéria-prima	Especificar: a) tipo de matéria-prima; b) tamanho máximo de partícula; c) massa da amostra.		abr-06	ago-06
		Estudo da Homogeneidade				
CO/AG	10	Selecionar unidades de MR para estudo da homogeneidade	a) definir número de unidades de MR b) selecionar unidades de MR (aleatórias)	PUH	ago-06	set-06
		Estudo da Estabilidade				
CO	14	Identificar os mecanismos para instabilidade do material	Com base na mineralogia do material e nos resultados da análise química preliminar, identificar as possíveis fontes e mecanismos que podem degradar as propriedades de interesse.		abr-06	ago-06
		Atribuição de Valor à Propriedade				
CO	20	Selecionar laboratórios para o programa de medição interlaboratorial	Selecionar Laboratórios com reconhecida capacitação analítica.	Pasta LABORATÓRIOS	ago-06	out-06
		Certificação				
CO	41	Divulgar a disponibilidade do MRC para comercialização	a) bancos de dados; b) informe CETEM; c) mala direta para clientes, laboratórios e empresas de mineração		jun-06	ago-06

Responsável	CBPA-2	Concentrado de sulfetos de cobre (Mina do Sossego - PA)				
	ETAPAS	DESCRIÇÃO	DETALHAMENTO	Documentação	Início	Fim
		Preparação do Material				
		Estudo da Homogeneidade				
		Estudo da Estabilidade				
		Atribuição de Valor à Propriedade				
CO	20	Selecionar laboratórios para o programa de medição interlaboratorial	Selecionar Laboratórios com reconhecida capacitação analítica.	Pasta LABORATÓRIOS	ago-06	out-06
CO	21	Realizar convite para participação	Informar: a) origem e matriz do MR; b) propriedades de interesse para certificação; c) número de determinações por unidade de MR; d) prazo para envio dos resultados. e) declaração de confidencialidade		ago-06	out-06
CO	22	Elaborar instrução de participação	Conter: a) origem, mineralogia e processo de preparação do material; b) propriedades de interesse e respectivas faixas aproximadas de concentração; c) condições de medição; d) forma de expressão de resultados; e) declaração de confidencialidade; f) prazo para envio dos resultados.		ago-06	out-06
CO/TP	23	Selecionar unidades de MR	a) definir número de unidades de MR b) selecionar unidades de MR (aleatórias)	PUP	ago-06	out-06
AG/TP	24	Retirar e preparar unidades de MR	Realizar: a) divisão da amostra; b) pesagem e registro de massa das subamostras; c) envasamento, identificação e armazenamento; d) confecção de rótulos (Logo CETEM, código do PMI, código do MR e número da unidade); e) etiquetagem.	RPU Modelo BAR TENDER	ago-06	out-06
AG	25	Enviar unidades de MR e instrução de participação para os laboratórios	impresso em papel		ago-06	out-06
EE	26	Realizar tratamento estatístico dos resultados analíticos	Realizar: a) Compilação dos resultados e informações; b) avaliação da consistência dos resultados analíticos (h&k); c) identificação de outliers; d) ANAVA; e) estabelecimento do valor de propriedades e parâmetros estatísticos associados; f) verificação do atendimento aos critérios de certificação.		mar-07	mai-07
CO	27	Elaborar relatório	Conter: a) descrição do PMI; b) tratamento estatístico dos resultados analíticos; c) lista dos métodos analíticos utilizados; d) lista dos laboratórios participantes.		mar-07	mai-07
		Certificação				

Preparação do Material

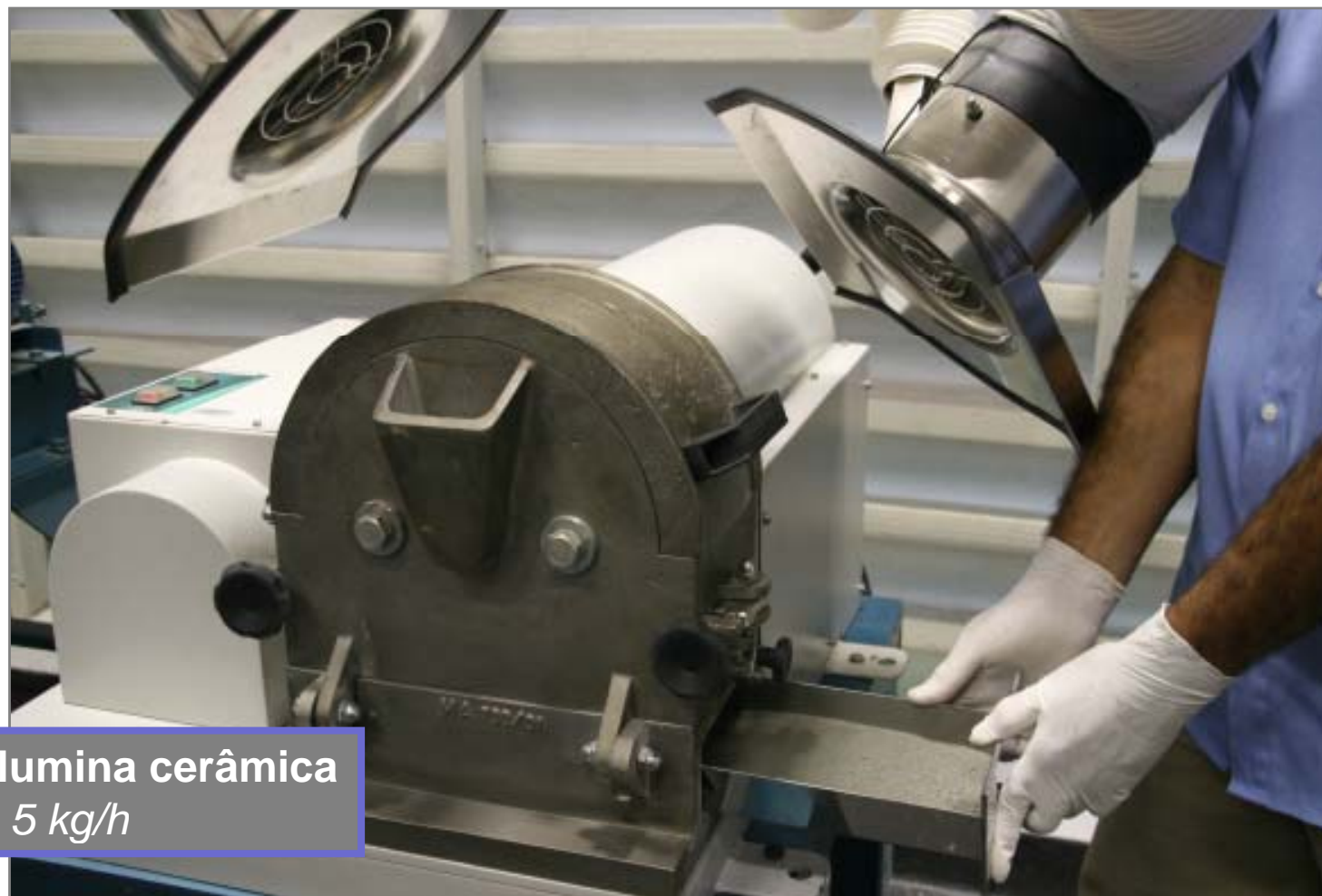
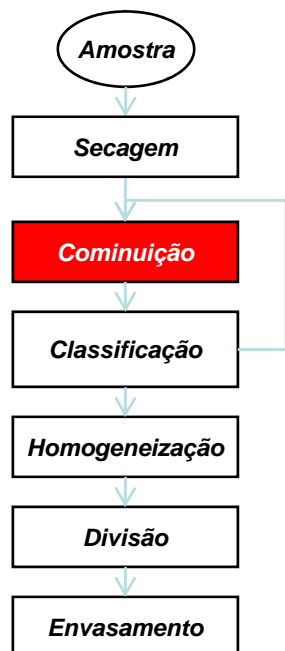


Preparação do Material



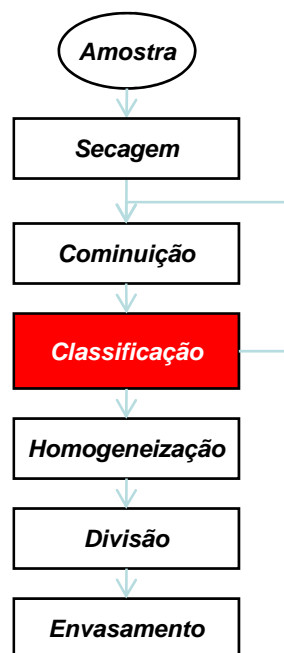
Britador de mandíbulas
capacidade: 250 kg/h

Preparação do Material



Moinho de disco de alumina cerâmica
capacidade: 5 kg/h

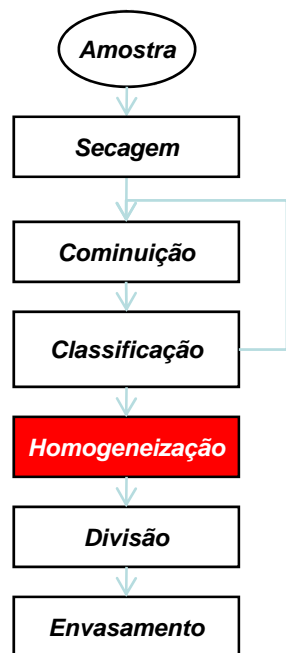
Preparação do Material



Peneirador vibratório multi-deck
capacidade: 20 kg/h

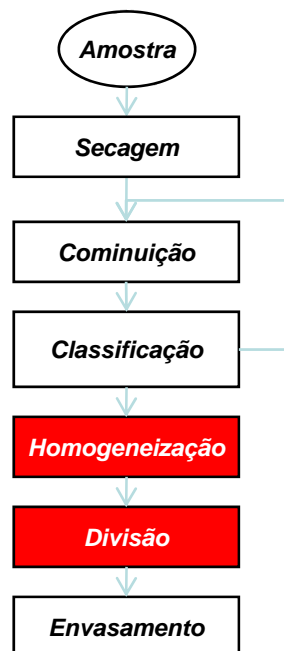


Preparação do Material



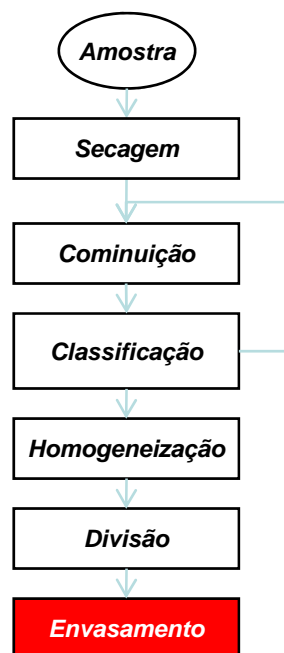
Homogeneizador tipo V
capacidade: 200 l

Preparação do Material



Divisor rotativo
capacidade: 50 kg/h; 12 coletores

Preparação do Material



Divisor rotativo
capacidade: 2 kg; 8 coletores



Embalagem e armazenamento

Preparação do Material

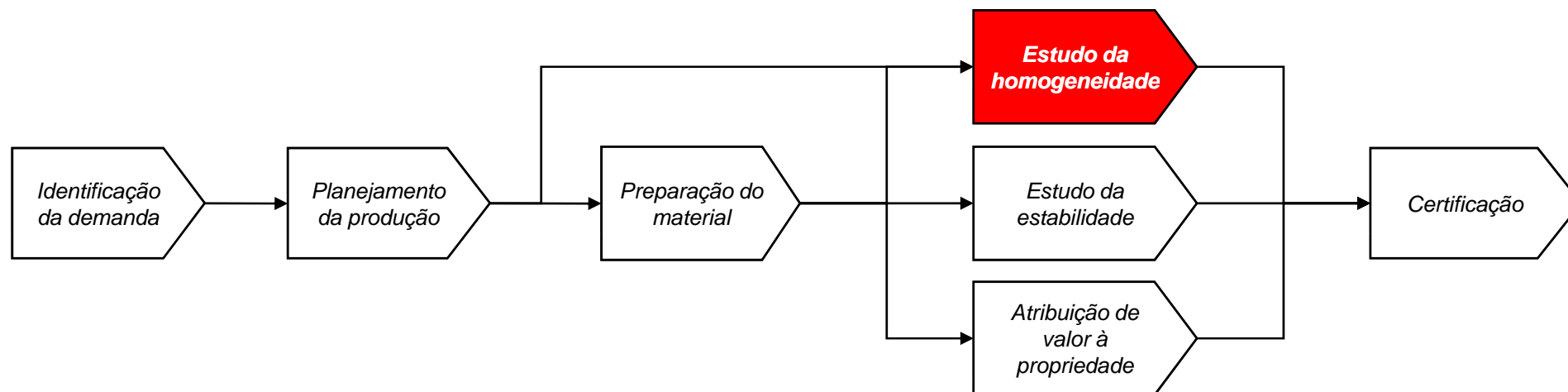


Glove box
Embalagem em atmosfera inerte

Preparação do Material

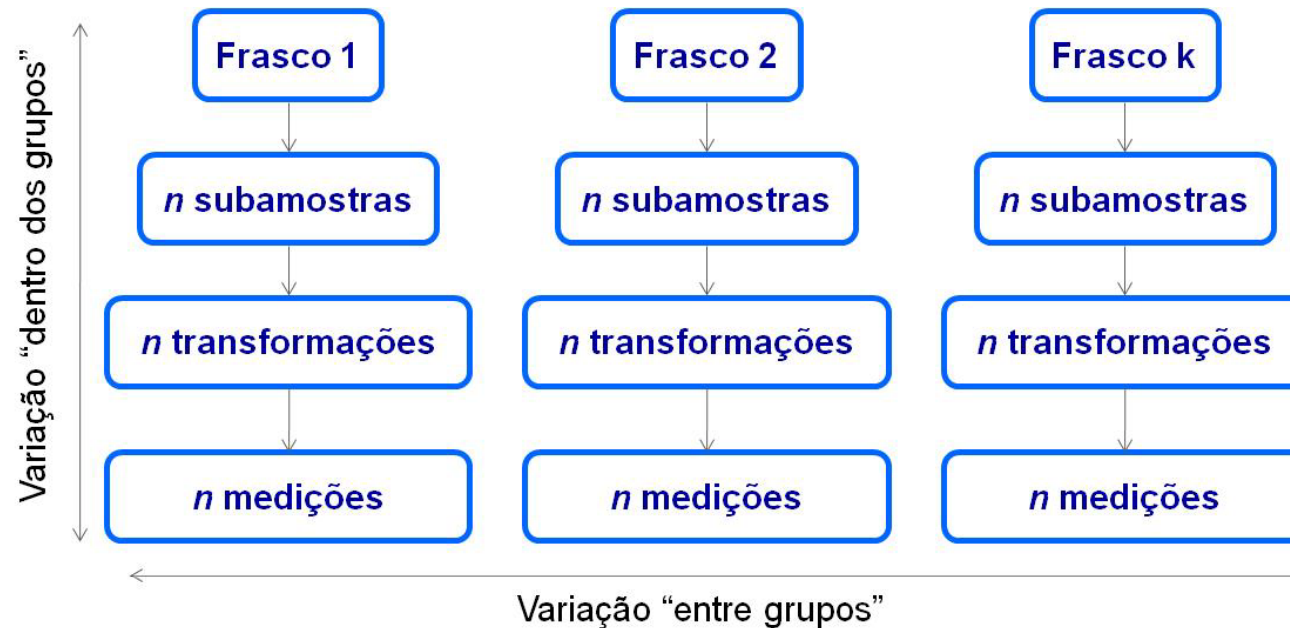
Embalagem a vácuo



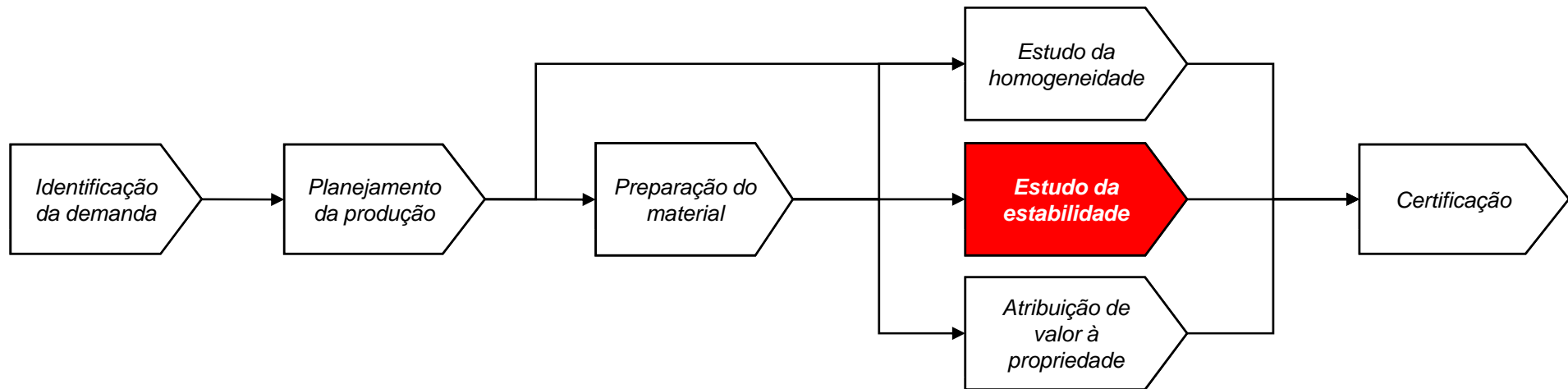


- Estimar o componente de incerteza devido à heterogeneidade entre frascos

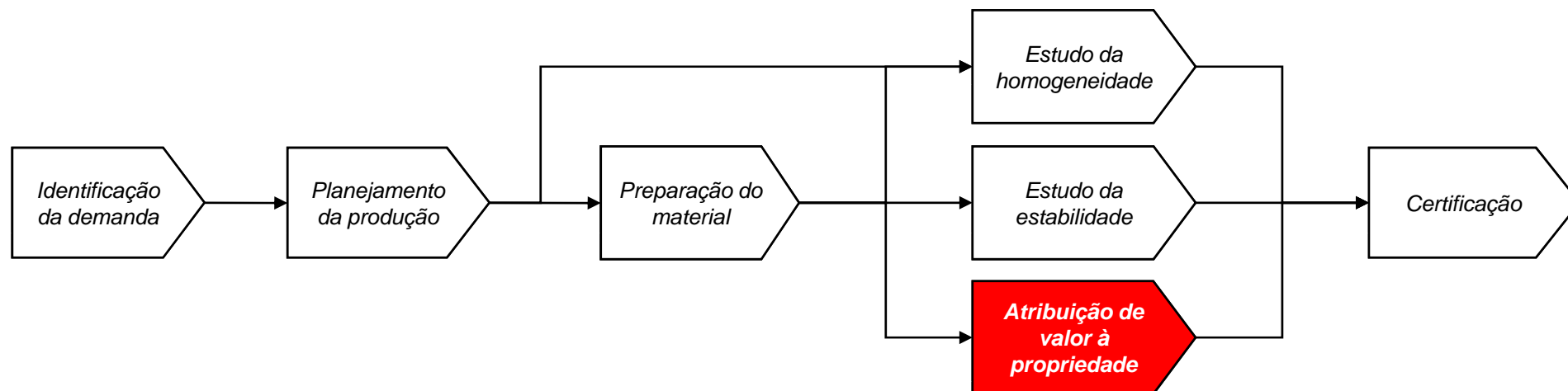
$$u_{bb} = \sqrt{s_{bb}^2 + \frac{MS_{within}}{n}} \cdot \sqrt{\frac{2}{\nu_{MS_{within}}}}$$



- $10 < k < 30$
- Medição de todas as propriedades de interesse
- Análise estatística



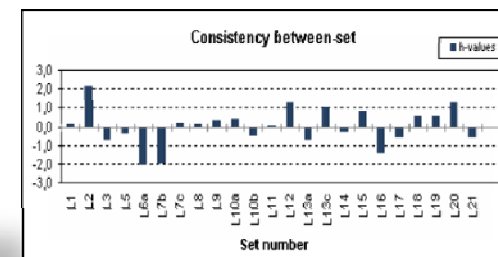
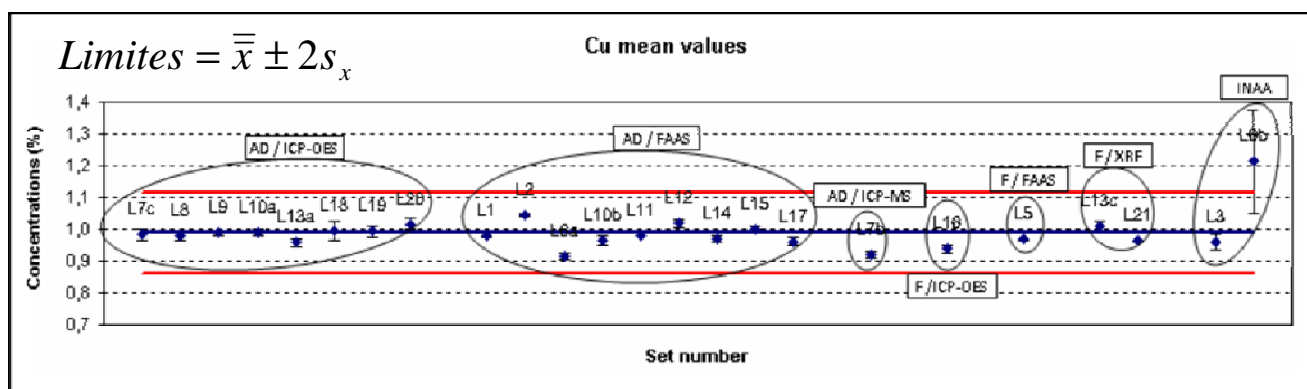
- Possíveis fontes e mecanismos que possam degradar as propriedades de interesse
- Condições para transporte e estoque das unidades do MR
- Prazo de validade dos valores de propriedade certificados
- Cronograma para monitoramento da estabilidade



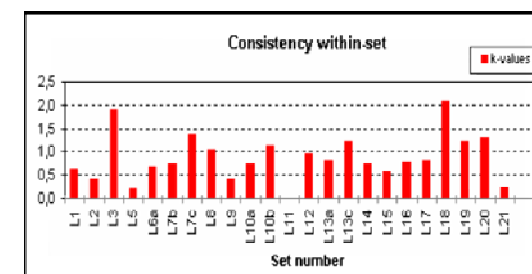
- Programa de medição interlaboratorial
- Laboratórios participantes qualificados
- Instrução de participação / Planilha para reportar resultados
- Material CQ
- Análise estatística

Ministério da Ciência
e Tecnologia

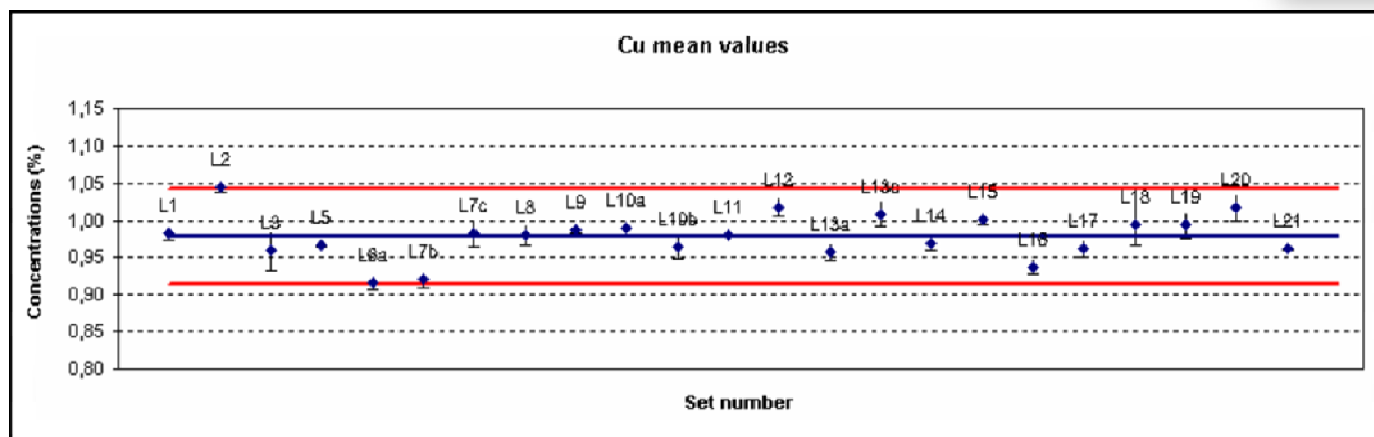
Envio de Unidades Extra				Notificação recebimento
CBPA-1	CBPA-2	Data	No Correio	

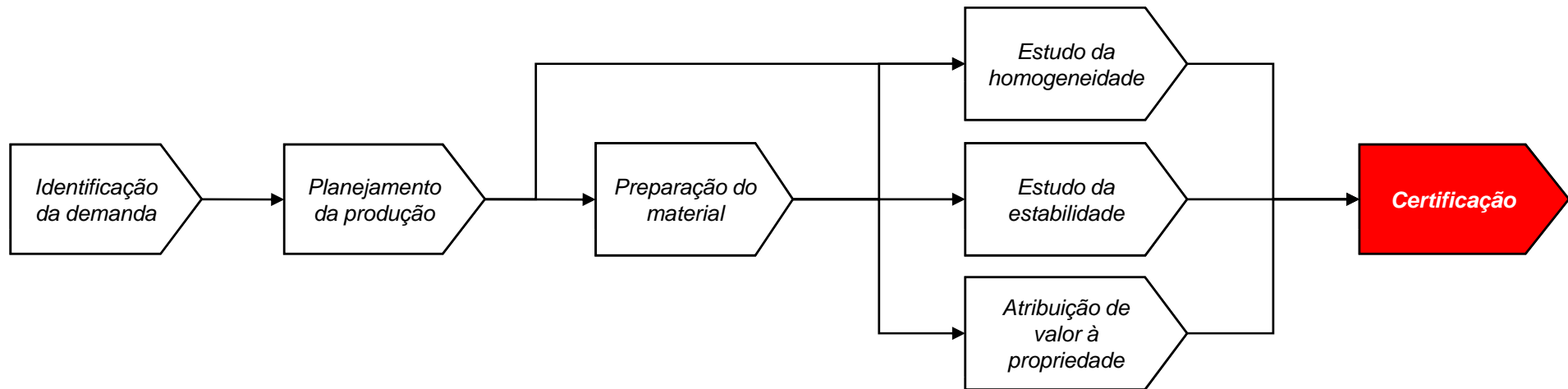


Técnica gráfica de Mandel
 (estatísticos h e k)



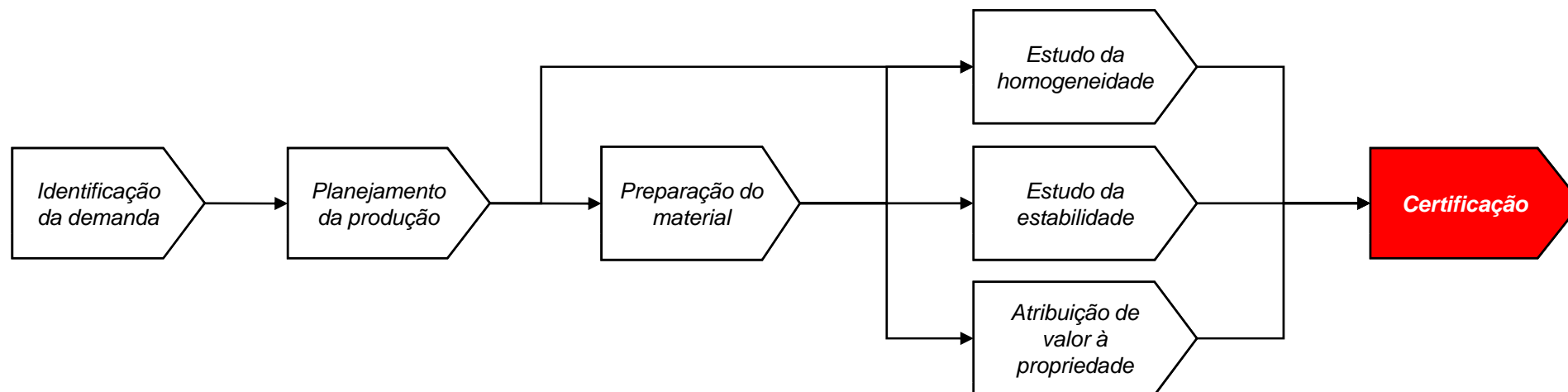
Resultados aceitos





Critérios

- $s_{\bar{x}} / s_r \leq 3$
- % de grupos de resultados rejeitados $\leq 15\%$
- Número de grupos de resultados aceitos ≥ 10



Valor Certificado

$$x_{CRM} = x_{char}$$

Incerteza

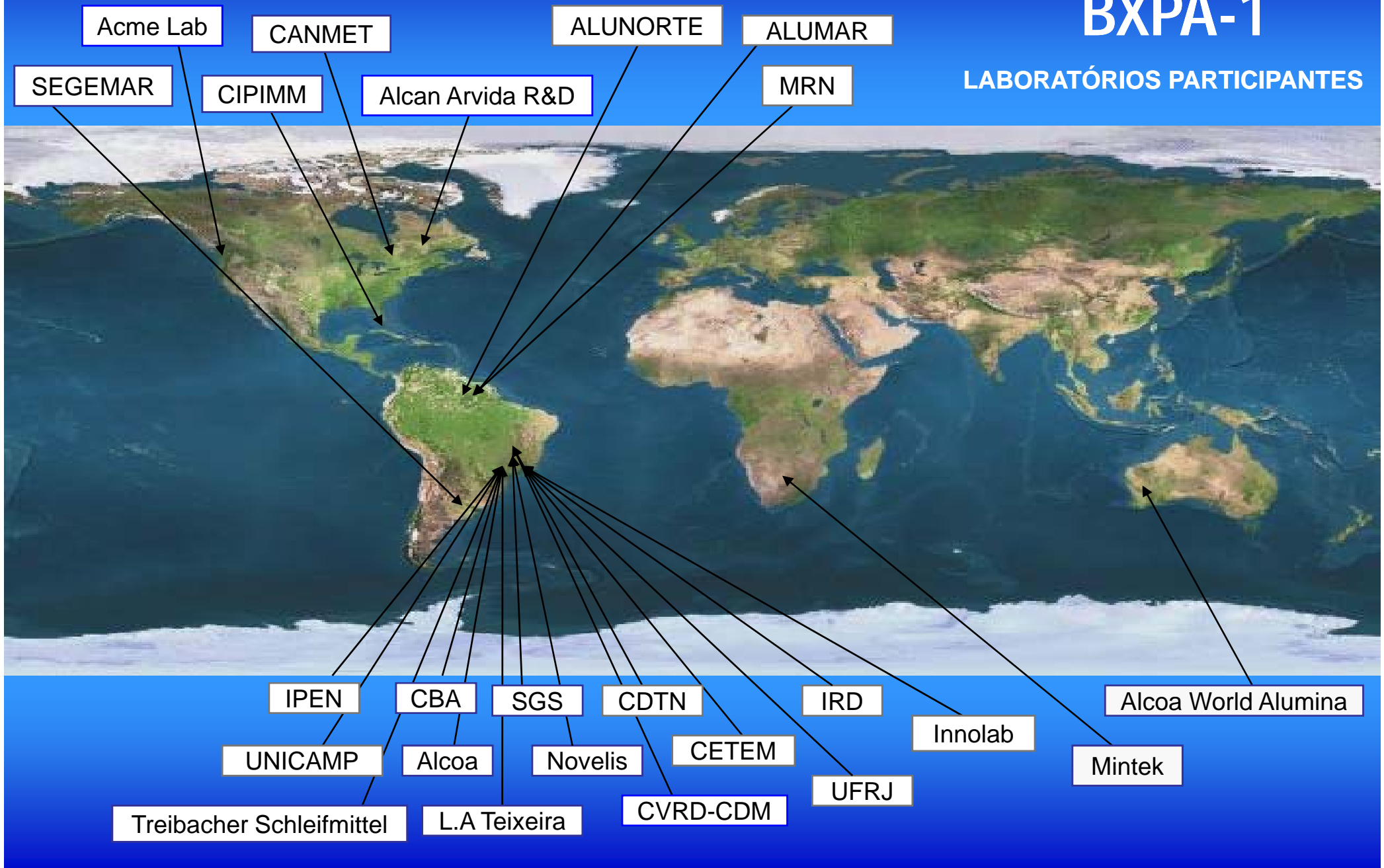
$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2}$$

$$U_{CRM} = k u_{CRM}$$

PROGRAMA DE MEDIÇÃO INTERLABORATORIAL

BXPA-1

LABORATÓRIOS PARTICIPANTES



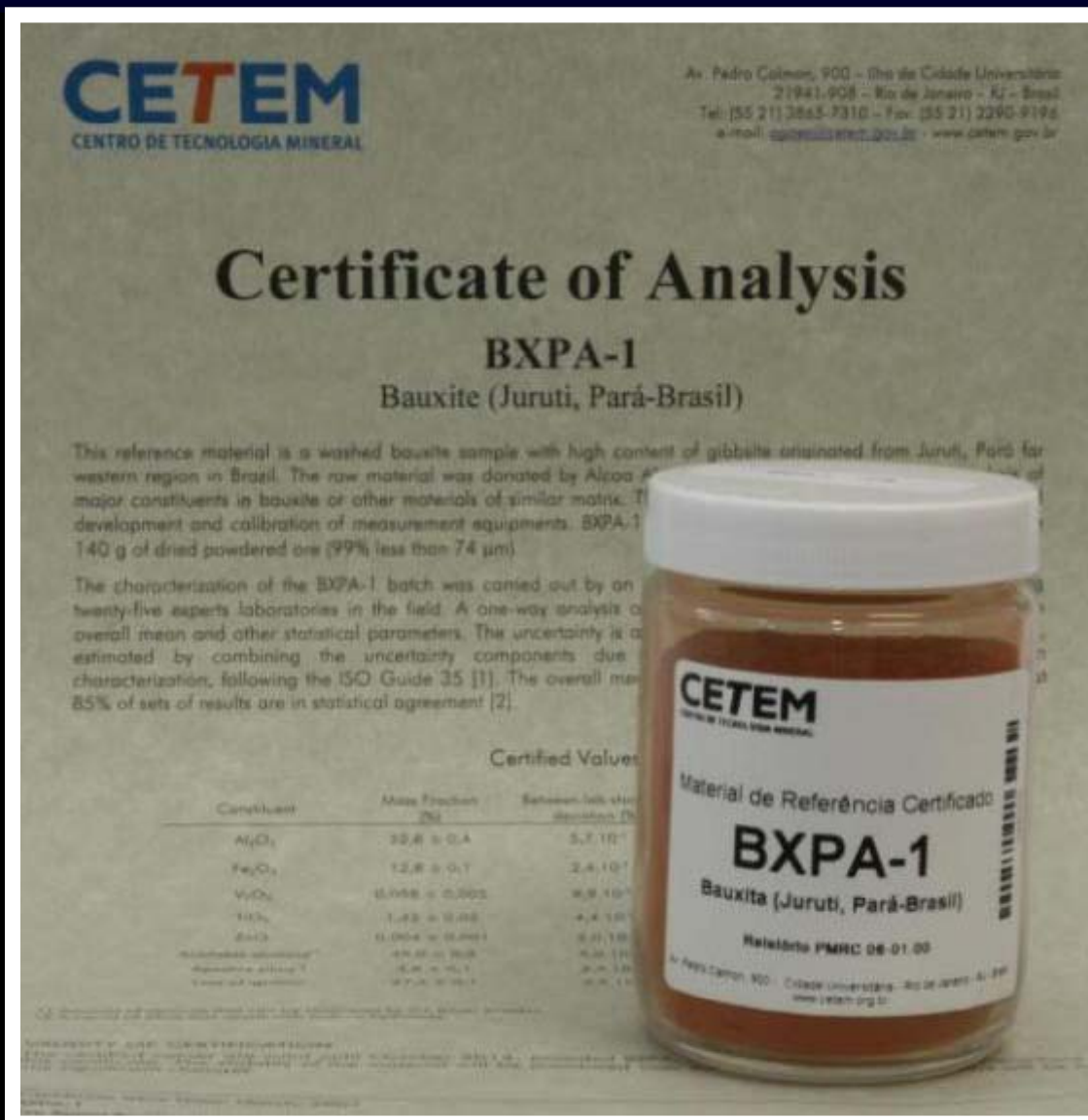
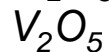
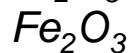
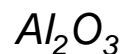
BXPA-1

Propriedades Certificadas

perda por ignição

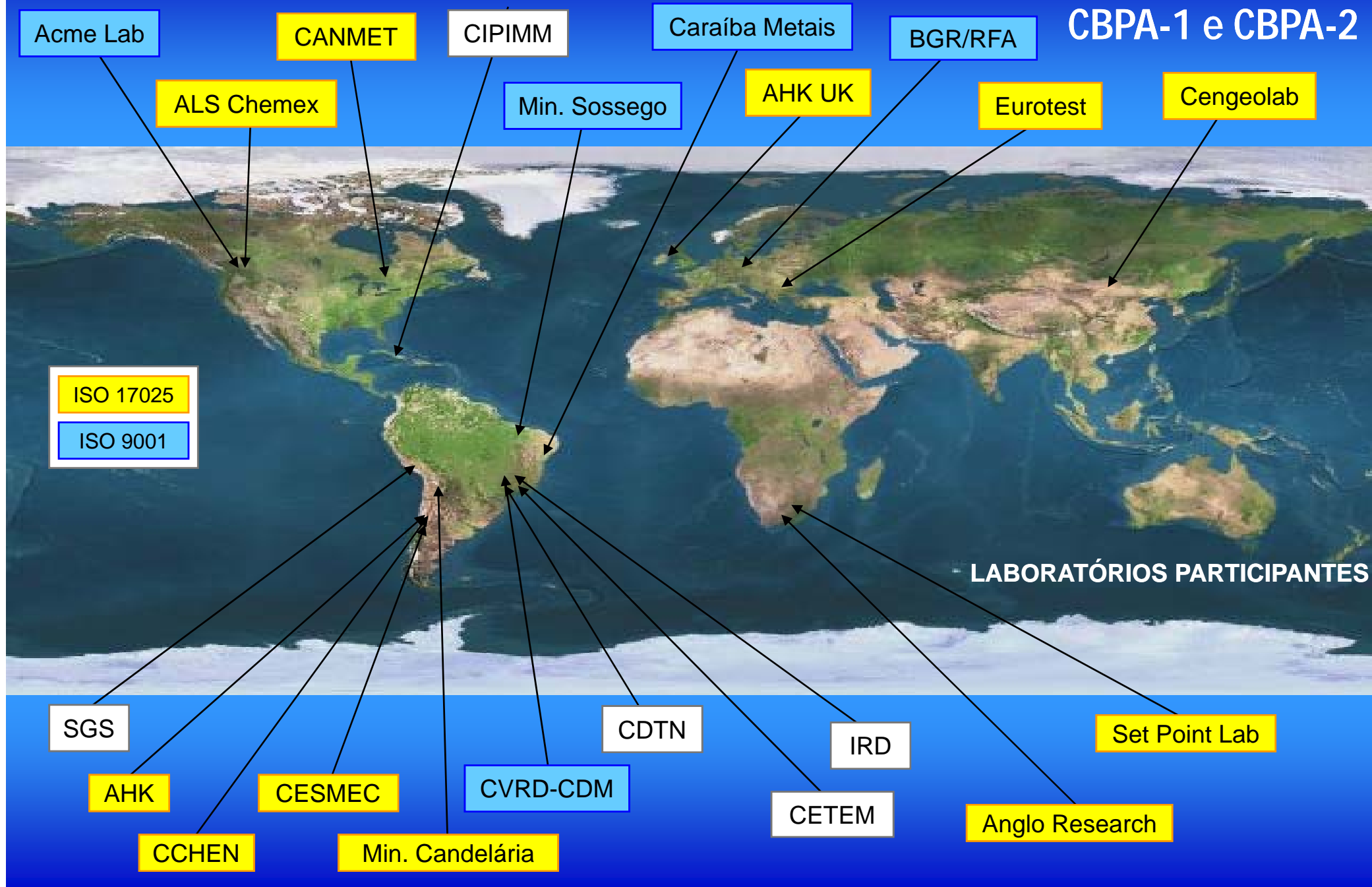
alumina disponível

sílica reativa



PROGRAMA DE MEDIÇÃO INTERLABORATORIAL

CBPA-1 e CBPA-2



CBPA-1 e CBPA-2

Propriedades Certificadas

CBPA-1

Al_2O_3
 CaO
 Co
 Cr
 Cu
 Fe_2O_3
 K_2O
 MgO
 Mn
 Na_2O
 Ni
 P_2O_5
 Zn

CBPA-2

Ag
 Al_2O_3
 CaO
 Cr
 Cu
 Fe_2O_3
 MgO
 Na_2O
 Pb
 Zn



GRATA PELA ATENÇÃO.

Maria Alice Cabral de Goes, DSc.
Centro de Tecnologia Mineral – CETEM
Ministério da Ciência e Tecnologia