



## BXBA-4

### Bauxita (Baixão de Ipiúna, Bahia)

Certificado original: Abril, 2014

Revisão: Setembro, 2016

O BXBA-4 é uma amostra de bauxita crua proveniente da região de Baixão de Ipiúna, localizada no Estado da Bahia, Brasil. A matéria prima foi seca em estufa, britada e pulverizada para passar na peneira de 0,150 mm e, posteriormente, homogeneizada. Este material de referência é adequado ao uso na calibração de um sistema de medição, na avaliação de um método de medição, no controle da qualidade e na atribuição de valores a materiais de matrizes similares. Uma unidade de BXBA-4 consiste em 100 g de minério em pó embalado em frasco de vidro.

Este material foi certificado por meio de um programa interlaboratorial incluindo trinta e um laboratórios especializados, utilizando métodos de sua escolha. Métodos estatísticos robustos [1] foram empregados para estimar os valores de propriedade e componentes de variabilidade. Os valores de propriedade certificados foram atribuídos com base em, no mínimo, cinco grupos de resultados aceitos, métodos analíticos apropriados ao teor do constituinte e adequação da incerteza associada ao valor de propriedade ao uso pretendido. A incerteza declarada consiste na 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 [2].

#### Valores Certificados

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetibilidade [1]]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra mínima (g) <sup>3</sup>	Métodos analíticos
Alumina aproveitável <sup>1</sup>	% m/m	43,66 ± 0,34	1,5E-01	5,0E-01	15	0,65	i; k
Sílica reativa <sup>2</sup>	% m/m	4,53 ± 0,14	9,2E-02	1,9E-01	16	0,5	f; g; h; i; j
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	49,75 ± 0,28	1,8E-01	5,6E-01	26	0,5	e; l; o; p; q
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	12,785 ± 0,076	8,6E-02	1,1E-01	22	0,1	l; n; p; r
SiO <sub>2</sub>	% m/m	8,447 ± 0,083	5,7E-02	1,5E-01	24	0,1	b; n; p
TiO <sub>2</sub>	% m/m	1,549 ± 0,027	2,2E-02	3,9E-02	27	0,1	c; l; n; p
ZrO <sub>2</sub>	% m/m	0,0283 ± 0,0025	1,4E-03	3,9E-03	18	0,1	c; d; m; p; q
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% m/m	0,1952 ± 0,0032	2,1E-03	5,5E-03	20	0,5	l; p
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% m/m	0,0227 ± 0,0028	7,0E-04	4,4E-03	17	0,1	c; d; m; p; q
MnO <sub>2</sub>	% m/m	0,0348 ± 0,0033	9,4E-04	5,9E-03	20	0,1	c; d; l; m; p
SO <sub>3</sub>	% m/m	0,229 ± 0,012	6,0E-03	1,2E-02	10	0,5	c; p; s
Carbono orgânico total	% m/m	0,276 ± 0,064	6,3E-03	7,7E-02	9	0,1	s; t
Perda de massa 405 °C	% m/m	23,35 ± 0,17	6,3E-02	1,9E-01	11	0,5	u; v
Perda de massa 1000 °C	% m/m	27,27 ± 0,21	5,6E-02	1,8E-01	25	0,5	u; v

<sup>1</sup>Quantidade de alumina que é digerida em solução cáustica (150 °C) em condições semelhantes do Processo Bayer.

<sup>2</sup>Quantidade de sílica que reage com hidróxido de sódio (150 °C) em condições semelhantes do Processo Bayer.

<sup>3</sup>Menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial.

## INFORMAÇÃO ADICIONAL SOBRE A COMPOSIÇÃO

Valores de propriedade não certificados são fornecidos apenas como informação adicional. Valores indicativos foram atribuídos com base em, no mínimo, três grupos de resultados aceitos e métodos analíticos apropriados ao teor do constituinte. Valores informativos foram estimados a partir de, no mínimo, dois grupos de resultados aceitos.

### Valores Indicativos

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetibilidade [1]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra mínima (g) <sup>3</sup>	Métodos analíticos
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	0,0010 ± 0,0003	2,1E-04	1,5E-04	4	0,15	a; c; d; r
CaO	% m/m	0,014 ± 0,006	9,6E-04	4,1E-03	11	0,5	p
MgO	% m/m	0,02 ± 0,01	3,3E-03	1,2E-02	13	0,5	c; l; p; q
Na <sub>2</sub> O	% m/m	0,02 ± 0,01	3,6E-03	8,7E-03	6	0,66	p

<sup>3</sup>Menor 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	Amostra mínima (g) <sup>3</sup>	Métodos analíticos
ZnO	% m/m	0,006	0,003 - 0,009	15	0,1	d; m; p
K <sub>2</sub> O	% m/m	0,007	0,002 - 0,011	10	0,5	p
CuO	% m/m	0,003	0,001 - 0,006	4	0,1	a; d; m; p
Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	0,007	0,005 - 0,008	6	0,5	p

<sup>3</sup>Menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial.

A composição mineralógica do BXBA-4 foi identificada por difração de raios X (DRX). O material é composto, principalmente, de gibbsita. Goethita, quartzo e caolinita foram identificados como minerais abundantes. Os minerais subordinados incluem hematita, anatásio, magnetita, ilmenita e zircão.

## INSTRUÇÕES PARA USO

As análises devem ser realizadas em amostra previamente seca a  $105 \pm 2$  °C, em estufa controlada, por, no mínimo, 16 h [3]. O conteúdo do frasco deve ser misturado (por rolamento do frasco) antes de ser retirada a amostra. A massa da amostra utilizada para análise deve ser maior que a quantidade mínima especificada para os valores de propriedade. Feche bem o frasco após amostragem.

## ARMAZENAMENTO

O material deve ser armazenado à temperatura ambiente, em local seco.

## SITUAÇÃO DE RISCO

Este material contém partículas finas de minerais. Evite a dispersão do pó, 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, vinte unidades foram selecionadas do lote de BXBA-4, utilizando-se amostragem estratificada aleatória. Em cada unidade, foram realizadas medições em triplicata, sob condições de repetibilidade, por pastilha fundida (1g de amostra) / espectrometria de fluorescência de raios X (óxidos); digestão cáustica (1,3 g de amostra) / titulometria (alumina aproveitável); digestão cáustica (1,3 g de amostra) / espectrometria de absorção atômica com chama (sílica reativa); digestão cáustica (1,3 g de amostra) – combustão a 680 °C – oxidação / espectrometria no infravermelho (carbono orgânico total) e secagem (1 g de amostra) / análise termogravimétrica (perda de massa a 405 °C e a 1000 °C). A técnica de análise de variância foi empregada para calcular os desvios padrão de repetibilidade e entre unidades. Para o teor de SO<sub>3</sub>, o componente de incerteza devido a não homogeneidade do lote foi estimado a partir dos resultados obtidos no estudo de homogeneidade do BXMG-1 [4]. O componente de incerteza devido a não homogeneidade do lote, expresso como percentagem do valor certificado, é inferior a 2 %.

## NÍVEL DE ESTABILIDADE

O BXBA-4 é considerado estável. Tendo como base a experiência prévia com o tipo de matriz e análises químicas e mineralógicas, não é prevista a degradação 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, a(s) cadeia(s) de rastreabilidade metrológica para cada um dos valores atribuídos (combinado a partir de um número de resultados) não pode ser descrita de forma simplificada, mas é esperado que estejam incluídas as fontes independentes de tendência. Portanto, o consenso demonstrado pelas medições independentes resultantes de diferentes métodos, padrões de calibração e etapas de validação utilizando materiais previamente certificados, resulta em valores certificados que são rastreados metrologicamente às unidades do SI de massa e quantidade de substância.

## MÉTODOS ANALÍTICOS

- a espectrometria de emissão atômica com descarga alternativa de arco elétrico
- b digestão ácida / gravimetria
- c digestão ácida / espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado
- d digestão ácida / espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado
- e digestão ácida / titulometria
- f digestão cáustica / espectrometria de absorção atômica com chama
- g digestão cáustica / espectrometria de emissão com chama
- h digestão cáustica / gravimetria
- i digestão cáustica / espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado
- j digestão cáustica / espectrofotometria
- k digestão cáustica / titulometria
- l fusão / espectrometria de absorção atômica com chama
- m fusão / espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado
- n fusão / espectrofotometria
- o fusão / titulometria
- p pastilha fundida / espectrometria de fluorescência de raios X
- q pastilha prensada / espectrometria de fluorescência de raios X
- r análise instrumental de ativação neutrônica
- s combustão / espectrometria no infravermelho
- t oxidação / espectrometria no infravermelho
- u calcinação / gravimetria
- v análise termogravimétrica

## LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

- Acme Analytical Laboratories Ltd., Vancouver, Canada
- Activation Laboratories Ltd., Ancaster, Canada
- Alcoa Alumínio S/A - Fábrica de Alumínio, Laboratório, Andradas, Brasil
- Alcoa Minerals of Jamaica - Laboratory Department, Kingston, Jamaica
- Alcoa Productos Primarios Europa - Laboratory Department, San Ciprian, Spain
- Alcoa World Alumina Australia - Pinjarra Laboratory, Pinjarra, Western Australia
- Alcoa World Alumina Australia - Kwinana Mining Laboratory, Kwinana, Western Australia
- Alcoa World Alumina Brasil Ltda - Mina de Bauxita de Juruti, Juruti, Brasil
- Alcoa World Alumina - Technology Delivery Group, Kwinana, Western Australia
- Alcoa World Alumina Atlantic - Point Comfort Operations, Point Comfort, Unites States of America
- ALS Minerals - Geochemistry Division, North Vancouver, Canada
- ALTEO Gardanne, Gardanne Cedex, France
- Central Geological Laboratory of Mongolia, Ulaanbaatar, Mongolia

- Centro de Tecnologia Mineral - Coordenação de Análises Mineraias, Rio de Janeiro, Brasil
- Comisión Chilena de Energía Nuclear – Centro de Estudios Nucleares La Reina - Laboratorio Análisis por Activación Neutrónica, Santiago, Chile
- Comissão Nacional de Energia Nuclear - Instituto de Radioproteção e Dosimetria, Rio de Janeiro, Brasil
- Companhia Brasileira de Alumínio – Laboratório Químico, Alumínio, Brasil
- Consórcio de Alumínio do Maranhão, São Luis, Brasil
- Escola Politécnica da USP – Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo – Laboratório de Caracterização Tecnológica, São Paulo, Brasil
- Eurotest Control EAD – Department Chemical Investigations, Sofia, Bulgaria
- Hydro Alumina do Norte do Brasil S/A, Laboratório, Barcarena, Brasil
- Intertek Brazil Minerals, Cotia, Brasil
- Institute of Geochemistry Siberian Branch of Russian Academy of Sciences - Laboratory of Optical Spectral Analysis and Certified Reference Materials, Irkutsk, Russia
- Instituto de Tecnología Cerámica, Laboratorio de Análisis Químico, Castellón, Spain
- L.A. Teixeira & Filho S/C Ltda, Andradas, Brasil
- Mineração Rio do Norte – Laboratório Químico, Porto Trombetas, Brasil
- Rio Tinto Alcan Business Development & Growth Technology and R&D, Pullenvale, Australia
- Rio Tinto Alcan Weipa – Weipa Bauxite Laboratory, Weipa, Australia
- Rio Tinto Aluminium - Yarwun Refinery, Queensland, Australia
- Serviço Geológico Minero Argentino, Buenos Aires, Argentina
- Suriname Aluminum Company - Laboratories, Paramaribo, Suriname

## PERÍODO DE VALIDADE

Os valores certificados são válidos até abril de 2034, desde que a unidade de BXBA-4 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 BXBA-4 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](http://www.cetem.gov.br/mrc).

## RESPONSÁVEL PELA CERTIFICAÇÃO

Os aspectos técnicos e gerenciais relativos à preparação, certificação e emissão do BXBA-4 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] ISO Guide 35:2006. Reference materials – General and statistical principles for certification. International Organization for Standardization (ISO), Geneva.
- [3] ISO 8558:1985. Aluminium ores – Preparation of pre-dried test samples. International Organization for Standardization (ISO), Geneva.
- [4] PMRC 2010.03.03 – Relatório de Certificação do BXMG-1. Programa Materiais de Referência Certificados, CETEM. Rio de Janeiro.