



Certificado original: Outubro, 2006  
Revisão: Setembro, 2016

## BXPA-1

### Bauxita (Jurutí, Pará)

O BXPA-1 é uma amostra de bauxita lavada proveniente da região de Jurutí, localizada no Estado do Pará, Brasil. A matéria prima foi seca em estufa, 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 constituintes principais em bauxita ou outros materiais de matriz similar. Uma unidade de BXPA-1 consiste em 120 g de minério em pó embalado em frasco de vidro.

Este material foi certificado por meio de um programa interlaboratorial incluindo vinte e sete 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) <sup>3</sup>	Métodos analíticos
Alumina aproveitável <sup>1</sup>	% m/m	49,0 ± 0,3	1,9E-01	5,0E-01	12	0,65	i; g
Sílica reativa <sup>2</sup>	% m/m	3,8 ± 0,2	1,4-01	2,2E-01	11	0,65	c; e; m; p; q; s
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	52,8 ± 0,4	4,6E-01	5,7E-01	22	0,1	c; e; q; m; p; s
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% m/m	12,8 ± 0,1	1,1E-01	2,4E-01	27	0,1	a; c; e; q; m; p; r; s
TiO <sub>2</sub>	% m/m	1,42 ± 0,02	1,9E-02	4,4E-02	22	0,1	c; d; q; l; m; r; s
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% m/m	0,058 ± 0,005	3,5E-03	8,9E-03	14	0,1	c; q; l; m; r; s
ZnO	% m/m	0,004 ± 0,001	9,9E-04	2,0E-03	9	0,2	a; c; m; p; s
Perda de massa 1000°C	% m/m	27,5 ± 0,4	1,3E-01	2,9E-01	20	1,0	k

<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 para caracterização do BXPA-1.

## 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) <sup>*1</sup>	Métodos analíticos
SiO <sub>2</sub>	% m/m	4,93 ± 0,05	4,1E-02	8,1E-02	15	0,1	b; m;o;s
ZrO <sub>2</sub>	% m/m	0,066 ± 0,005	3,1E-03	8,7E-03	13	0,1	q; m; r; s
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	% m/m	0,018 ± 0,004	2,4E-03	6,2E-03	10	0,2	c; d; m; n; s
MnO	% m/m	0,0017 ± 0,0004	6,1E-04	4,8E-04	9	0,2	c; d; q; s

\*1menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial para caracterização do BXPA-1.

A composição mineralógica do BXPA-1 foi identificada por difração de raios X (DRX). O material é composto, principalmente, de gibbsita. Caolinita, hematita e goethita foram identificadas como minerais abundantes. Os minerais subordinados incluem anatásio, quartzo, boehmita, zircão, diásporo, ilmenita e muscovita.

## INSTRUÇÕES PARA USO

As análises devem ser realizadas em amostras previamente secas a  $105 \pm 2$  °C, em estufa controlada, por no mínimo de 16 h [4]. 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. Feche bem o frasco após amostragem.

## ARMAZENAMENTO

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

## 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 BXPA-1 utilizando amostragem estratificada aleatória. Em cada unidade, foram realizadas medições em triplicata, sob condições de repetibilidade, por pastilha fundida (0,5 g de amostra) / espectrometria de fluorescência de raios X (óxidos). A técnica de análise de variância de fator único foi empregada para calcular os desvios padrão interno e entre unidades. No caso dos teores de alumina aproveitável, sílica reativa e perda de massa (1000 °C), a componente de incerteza devido a não homogeneidade do lote foi estimada a partir de dados obtidos em ensaios de homogeneidade realizados, respectivamente, no lote de BXPA-3, BXPA-4 e BXMG-2. O componente de incerteza devido à não homogeneidade do lote, expresso como percentagem do valor certificado, é inferior a 2 %.

## NÍVEL DE ESTABILIDADE

O BXPA-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 / gravimetria
- c digestão ácida / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- d digestão ácida / espectrometria de UV visível
- e digestão ácida / titulometria
- f digestão cáustica / espectrometria de absorção atômica com chama
- g digestão cáustica / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- h digestão cáustica / espectrometria UV visível
- i digestão cáustica / gravimetria
- j digestão cáustica / titulometria
- k calcinação / gravimetria
- l fusão / espectrometria de absorção atômica com chama
- m fusão / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
- n fusão / espectrometria UV visível
- o fusão / gravimetria
- p fusão / titulometria
- q análise instrumental de ativação neutrônica
- r pastilha prensada / espectrometria de fluorescência de raios X
- s pastilha fundida / espectrometria de fluorescência de raios X

## LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

- Acme Analytical Laboratories Ltd., Vancouver, Canada
- Alcan Arvida R&D Center, Jonquière, Canada
- Alcoa Alumínio S/A - Fábrica de Alumínio, Laboratório, Poços de Caldas, Brasil
- Alcoa World Alumina Australia - Pinjarra Laboratory, Pinjarra, Western Australia
- Alcoa World Alumina Australia - Kwinana Mining Laboratory, Kwinana, Western Australia
- Alcoa World Alumina - Technology Delivery Group, Kwinana, Western Australia
- Alumina do Norte do Brasil S/A, Laboratório, Barcarena, Brasil
- Canada Center for Mineral and Energy Technology - Mining and Mineral Sciences Laboratories - Analytical Service Group, Ottawa, Canada
- Centro de Investigaciones para la Industria Minero-Metalúrgica - Caracterización de Materiales, Ciudad de la Habana, Cuba
- Centro de Tecnologia Mineral - Coordenação de Análises Minerai, Rio de Janeiro, Brasil
- Comisión Chilena de Energía Nuclear - Laboratorio de Análisis por Activación Neutrónica, Santiago, Chile
- Comissão Nacional de Energia Nuclear - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Laboratório Químico, Belo Horizonte, Brasil
- Companhia Brasileira de Alumínio – Laboratório Químico, Alumínio, Brasil
- Consórcio de Alumínio do Maranhão, São Luis, Brasil
- Innolab do Brasil, Rio de Janeiro, Brasil
- Instituto de Geociências da Universidade Estadual de Campinas, Campinas, Brasil
- Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil
- 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 Minerais - Laboratório, Santa Luzia, Brasil
- Treibacher Schleifmittel Brazil, Salto, Brasil

## PERÍODO DE VALIDADE

Os valores certificados são válidos até outubro de 2028, desde que a unidade de BXPA-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 BXPA-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](http://www.cetem.gov.br/mrc).

## RESPONSÁVEL PELA CERTIFICAÇÃO

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

Maria Alice Goes  
Coordenadora do Programa Material de Referência Certificado

## REFERÊNCIAS

- [1] ISO 5725-2:1998. Accuracy (trueness and precision) measurement methods and results – Part 2: Basic method for determination of repeatability and reproducibility 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.
- [4] ISO 8558:1985. Aluminium ores – Preparation of pre-dried test samples. International Organization for Standardization (ISO). Geneva.