CETEM
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL
Ministério da Ciência e Tecnologia

CERTIFICADO DE ANÁLISE

www.cetem.gov.br/mrc

ACCREDITED
CERTIFICATE #4015.01

BXPA-3

Bauxita (Paragominas, Pará)

Certificado original: Julho, 2010
Revisão: Julho, 2018

O BXPA-3 é uma amostra de bauxita lavada proveniente da região de Paragominas, localizada no Estado do Pará, 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, avaliação de procedimentos de medição, atribuição de valor a materiais de matrizes similares e no controle da qualidade. Uma unidade de BXPA-3 consiste em 105 g de minério em pó embalado em frasco de vidro.

Este material foi certificado por meio de um programa interlaboratorial incluindo trinta e cinco laboratórios especializados nesta área, utilizando métodos de sua escolha. Métodos estatísticos robustos [1] foram empregados para estimar os valores de propriedades 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, os métodos analíticos utilizados, a incerteza associada a cada valor de propriedade e adequação ao uso pretendido. 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 [2].

Valores Certificados

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetitividade [1]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra mínima (g)[*3]	Métodos analíticos
Alumina aproveitável[*1]	% m/m	49,76 ± 0,31	2,9E-01	5,4E-01	22	0,5	j; l
Sílica reativa[*2]	% m/m	3,42 ± 0,25	1,1E-01	3,8E-01	21	0,5	g; h; i; j; k
Al_2O_3	% m/m	53,73 ± 0,37	2,6E-01	6,9E-01	32	0,1	c; f; s; w
Fe_2O_3	% m/m	11,63 ± 0,14	7,0E-02	3,1E-01	36	0,1	c; f; r; s; v; w
SiO_2	% m/m	4,187 ± 0,095	3,3E-02	1,4E-01	29	0,1	b; c; s; w
TiO_2	% m/m	1,924 ± 0,030	1,5E-02	6,0E-02	29	0,1	e; s; u; v; w
ZrO_2	% m/m	0,207 ± 0,016	2,7E-03	2,3E-02	15	0,1	c; s; t; v; w
P_2O_5	% m/m	0,0423 ± 0,0038	1,3E-03	2,5E-03	16	0,1	c; s; w
V_2O_5	% m/m	0,0293 ± 0,0011	1,3E-03	1,5E-03	14	0,1	c; s; t; v; w
Cr_2O_3	% m/m	0,0155 ± 0,0019	6,0E-04	2,6E-03	17	0,1	a; c; s; t; v; w
MnO_2	% m/m	0,0454 ± 0,0019	1,0E-03	3,2E-03	20	0,1	a; c; r; s; t; v; w
Perda de massa 1000°C	% m/m	28,19 ± 0,27	5,2E-02	1,8E-01	21	0,05	m; n
Perda de massa 1075°C	% m/m	28,28 ± 0,28	6,2E-02	1,2E-01	8	1	m

[*1]quantidade de alumina que é digerida em solução cáustica (150 °C) em condições semelhantes do Processo Bayer.

[*2]quantidade de sílica que reage com hidróxido de sódio (150 °C) em condições semelhantes do Processo Bayer.

[*3]menor massa de amostra utilizada no programa de medição interlaboratorial.

© CETEM 2018 – Todos os direitos reservados

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 informativos foram estimados a partir de, no mínimo, três grupos de dados.

Valores Indicativos

Constituinte	Unidade	Fração em massa	Desvio padrão de repetitividade [1]	Desvio padrão entre-laboratórios [1]	No. grupos de dados	Amostra minima (g)[*1]	Métodos analíticos
CaO	% m/m	0,01 ± 0,01	4,7E-04	1,3E-02	13	0,1	w
MgO	% m/m	0,03 ± 0,02	3,5E-03	2,5E-02	12	0,1	s; w
ZnO	% m/m	0,003 ± 0,001	4,8E-04	1,5E-03	13	0,1	c; d; q; s; w
K_2O	% m/m	0,011 ± 0,004	5,4E-04	4,2E-03	12	0,1	a; w
SO_3	% m/m	0,09 ± 0,04	2,4E-03	4,1E-02	8	0,1	o; p; w

[*1]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	Métodos analíticos
Na_2O	% m/m	0,02	0,011 - 0,03	4	v; w
CuO	% m/m	0,001	0,0002 - 0,003	4	a; d; q; s
Ga_2O_3	% m/m	0,010	0,008 - 0,016	4	q; t; w
Carbono orgânico total	% m/m	0,06	0,04 - 0,07	5	p

A composição mineralógica do BXPA-3 foi identificada por difração de raios X (DRX). O material é composto, principalmente, de gibbsita. Hematita foi identificada como mineral abundante. Os minerais subordinados incluem caolinita, goethita, anatásio, quartzo, boehmita, zircão, diásporo, ilmenita e muscovita.

INSTRUÇÕES PARA USO

As análises devem ser realizadas em amostras previamente secas a 105 ± 2 °C, em estufa controlada, por no mínimo de 16 h. 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, dez unidades foram selecionadas do lote de BXPA-3 utilizando amostragem estratificada aleatória. Em cada unidade, foram realizadas medições em triplicata, sob condições de repetitividade, por pastilha fundida (1,23 g de amostra) / espectrometria de fluorescência de raios X (óxidos), digestão cáustica (0,65 g de amostra) / titulometria (alumina aproveitável) e digestão cáustica (0,65 g de amostra) / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (sílica reativa). A técnica de análise de variância de fator único foi empregada para calcular os devios padrão interno e entre unidades. O componente de incerteza devido a não homogeneidade do lote, expresso como percentagem do valor certificado, é inferior a 4 %.

© CETEM 2018 – Todos os direitos reservados

NÍVEL DE ESTABILIDADE

O BXPA-3 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 massa com plasma indutivamente acoplado
e digestão ácida / espectrofotometria
f digestão ácida / titulometria
g digestão cáustica / espectrometria de absorção atômica com chama
h digestão cáustica / fotometria com chama
i digestão cáustica / gravimetria
j digestão cáustica / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
k digestão cáustica / espectrofotometria
l digestão cáustica / titulometria
m calcinação / gravimetria
n calcinação / análise termogravimétrica
o combustão / gravimetria
p combustão / espectrometria no infravermelho
q espectrometria de emissão atômica por corrente direta
r fusão / espectrometria de absorção atômica com chama
s fusão / espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
t fusão / espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado
u fusão / espectrofotometria
v análise instrumental de ativação neutrônica
w pastilha fundida / espectrometria de fluorescência de raios X

LABORATÓRIOS PARTICIPANTES

- Acme Analytical Laboratories Ltd., Vancouver, Canada
- Activation Laboratories Ltd., Ancaster, 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 Productos Primários Europa - Laboratory Department, San Ciprian, Spain
- Alcoa World Alumina - Technology Delivery Group, Kwinana, Western Australia
- Alcoa World Alumina Atlantic - Point Comfort Operations, Point Comfort, Unites States of America
- ALS Chemex, North Vancouver, Canada
- Alumina do Norte do Brasil S/A, Laboratório, Barcarena, Brasil
- Anglo Research - Crown Mines, Johannesburg, South Africa
- Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe - Geochemie, Hannover, Germany

© CETEM 2018 – Todos os direitos reservados

- Central Geological Laboratory, Ulaanbaatar, Mongolia
- Comissão Nacional de Energia Nuclear - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Laboratório Químico, Belo Horizonte, Brasil
- Centro de Tecnologia Mineral - Coordenação de Análises Minerais, Rio de Janeiro, Brasil
- Companhia Brasileira de Alumínio – Laboratório Químico, Alumínio, Brasil
- Comisión Chilena de Energía Nuclear - Laboratorio de Análisis por Activación Neutrónica, Santiago, Chile
- Consórcio de Alumínio do Maranhão, São Luis, Brasil
- Council for Geoscience, Geochemistry and Laboratory Units, Pretoria, South Africa
- Eurotest Control JSC, Sofia, Bulgaria
- Geological Survey of Israel, Division of Geochemistry and Environmental Geology, Jerusalem, Israel
- Geoscience Laboratories, Sudbury, Canada
- Instituto de Tecnología Cerámica, Chemical Analysis Unit, Castellón, Spain
- Institute of Geochemistry Siberian Branch of Russian Academy of Sciences - Laboratory of Optical Spectral Analysis and Certified Reference Materials, Irkutsk, Russia
- Jamalco - Laboratory Department, Kingston, Jamaica
- L.A. Teixeira & Filho, Andradas, Brasil
- Mineração Curimbaba Ltda, Laboratório, Poços de Caldas, 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
- Rio Tinto Alcan - Queensland Research & Development Centre, Pullenvale, Australia
- Serviço Geológico Minero Argentino – Laboratório, Buenos Aires, Argentina
- Suriname Aluminum Company - Laboratories, Paramaribo, Suriname
- Vale – Departamento de Desenvolvimento de Projetos Minerais - Laboratório, Santa Luzia, Brasil
- Vale Paragominas – Laboratório Químico, Paragominas, Brasil

PERÍODO DE VALIDADE

Os valores certificados são válidos até julho de 2032, desde que a unidade de BXPA-3 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-3 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 BXPA-3 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.

© CETEM 2018 – Todos os direitos reservados