



Universidade Federal de Ouro Preto
Instituto de Ciências Exatas e Aplicadas
Departamento de Engenharia de Produção



Trabalho de Conclusão de Curso

TESTE DE HETEROGENEIDADE COMO MÉTODO DE OTIMIZAÇÃO DO PROTOCOLO DE AMOSTRAGEM EM UM PROJETO DE CONCENTRAÇÃO DE MINÉRIO DE OURO

Amanda Nogueira Olivé

João Monlevade, MG
Dezembro, 2019

Amanda Nogueira Olivé

**TESTE DE HETEROGENEIDADE COMO
MÉTODO DE OTIMIZAÇÃO DO
PROTOCOLO DE AMOSTRAGEM EM UM
PROJETO DE CONCENTRAÇÃO DE
MINÉRIO DE OURO**

Trabalho de Conclusão de curso apresentado à Universidade Federal de Ouro Preto como parte dos requisitos para obtenção do Título de Engenheiro de Produção pelo Instituto de Ciências Exatas e Aplicadas da Universidade Federal de Ouro Preto.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Xavier Martins

**Universidade Federal de Ouro Preto
João Monlevade
Dezembro, 2019**

O481t

Olivé, Amanda Nogueira.

Teste de heterogeneidade como método de otimização do protocolo de amostragem em um projeto de concentração de minério de ouro [manuscrito] / Amanda Nogueira Olivé. - 2019.

42f.:

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Xavier Martins.

Monografia (Graduação). Universidade Federal de Ouro Preto. Instituto de Ciências Exatas e Aplicadas. Departamento de Engenharia de Produção.

1. Amostragem. 2. Ouro - Minas e mineração. 3. Minérios de ouro. I. Martins, Alexandre Xavier. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU: 658.5



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
REITORIA
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E APLICADAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO - ICEA

**FOLHA DE APROVAÇÃO**

Amanda Nogueira Olivé

Teste de Heterogeneidade Como Método de Otimização do Protocolo de Amostragem em um Projeto de Concentração de Minério de Ouro

Membros da banca

Alexandre Xavier Martins - Doutor - Universidade Federal de Ouro Preto
Isabela Carvalho de Morais - Doutora - Universidade Federal de Ouro Preto
Daniel Francisco Bastos Monteiro - Mestre - Universidade Federal de Ouro Preto

Versão final
Aprovado em 02 de dezembro de 2019

De acordo

Professor Orientador Alexandre Xavier Martins



Documento assinado eletronicamente por **Alexandre Xavier Martins**, COORDENADOR DO PROGRAMA DE POS GRADUACAO EM ENGENHARIA DE PRODUCAO/JM, em 12/12/2019, às 14:04, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0027836** e o código CRC **B1CB5046**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.203923/2019-27

SEI nº 0027836

R. Diogo de Vasconcelos, 122, - Bairro Pilar Ouro Preto/MG, CEP 35400-000
Telefone: - www.ufop.br

Agradecimentos

Gostaria de agradecer à minha mãe Jane Olivé, por não me deixar desistir e por me apoiar sempre. À minha irmã, Aline Olivé, que me auxiliou no processo de escrita e correção, obrigada por compartilhar seus conhecimentos comigo. Ao meu pai, Valter Olivé e meu irmão Pedro Olivé pelo apoio neste período de graduação.

À minha supervisora de estágio, Mariana Lemos, pela confiança e por me auxiliar em todas as etapas do trabalho. Ao Ednei e à toda equipe da geologia por tornar possível a realização dos experimentos. À professora Ana Carolina Chierigati e suas alunas Gabriela e Narubia, por terem me ensinado a realizar o teste e estado sempre à disposição para dúvidas.

Agradeço aos meus amigos, Carlos, Dulce e Vanessa por todo suporte neste período e à república TPM por terem compreendido minha distância.

Ao meu orientador Alexandre, obrigada pelo auxílio e por aceitar meu convite.

*"Lembre-se de que voc e   um cisne negro."
– Nassim Nicholas Taleb*

Resumo

O principal objetivo do setor de mineração é produzir com eficiência, atingindo os menores custos na extração de recursos naturais. Para isto é necessário realizar o controle da qualidade da produção, garantido através do processo de amostragem de minérios. Por mais eficaz que seja o protocolo utilizado para a amostragem haverá sempre um erro associado, denominado Erro Fundamental de Amostragem (Fundamental Sample Error - FSE), o qual não pode ser eliminado, mas deve ser controlado e minimizado. Este erro está associado às características intrínsecas do material amostrado, responsáveis pela heterogeneidade do mesmo. Assim, Pierre Gy propôs um método prático, denominado Teste de Heterogeneidade, com o objetivo de isolar o FSE dos demais erros e assim possibilitar o seu cálculo. O procedimento fornece os dados necessários para calibrar a Equação de Gy, de acordo com as características do material de interesse, a qual é utilizada para calcular o FSE nas etapas do protocolo de amostragem. A motivação para realizar o teste surgiu da variação de teor das amostras, coletadas em um dos processos de uma planta de concentração de minério que antecede o beneficiamento . Assim, o objetivo deste estudo foi realizar, através do Teste de Heterogeneidade, a análise do protocolo de amostragem do material de interesse, e avaliar se o erro poderia estar associado a variação dos teores das amostras. Conclui-se que, o FSE do protocolo se enquadra dentro dos padrões aceitáveis, com um erro inferior ao limite proposto por Gy. Assim, a amostragem do material não está associada a variabilidade no teor das amostras.

Palavras-chave: Amostragem; erro de amostragem; heterogeneidade; mineração; ouro.

Abstract

The main objective of the mining sector is to produce efficiently, achieving the lowest costs in the extraction of natural resources. For this it is necessary to perform the production quality control, guaranteed through the ore sampling process. However effective the protocol used for sampling, there will always be an associated error, called the Fundamental Sample Error (FSE), which cannot be eliminated but must be controlled and minimized. This error is associated with the intrinsic characteristics of the sampled material, responsible for its heterogeneity. Thus, Pierre Gy proposed a practical method, called Heterogeneity Test, with the objective of isolating the FSE from other errors and thus enabling its calculation. The procedure provides the data needed to calibrate the Gy equation according to the characteristics of the material of interest, which is used to calculate the FSE in the sampling protocol steps. The motivation to perform the test arose from the variation in the content of the samples, collected in one of the processes of an ore concentration plant prior to beneficiat. Thus, the objective of this study was to perform, through the Heterogeneity Test, the analysis of the sampling protocol of the material of interest, and to evaluate if the errors could be associated with the variation of the sample contents. It is concluded, that the protocol fits within the acceptable standards, with an error lower than the limit proposed by Gy. Thus, material sampling is not associated with variability in sample content.

Keywords: Sampling; sampling error; heterogeneity; mining; gold.

Lista de ilustrações

Figura 1 – Medidas de Dispersão	7
Figura 2 – Acurácia, Precisão e Representatividade	8
Figura 3 – Diagrama dos Erros	14
Figura 4 – Natureza dos erros	15
Figura 5 – Tripé de sustentação	20
Figura 6 – Exemplo de Protocolo de Amostragem	22
Figura 7 – Amostragem Incremental e por Fracionamento	23
Figura 8 – Amostradores de Fluxo Contínuo	24
Figura 9 – Quarteamento em um divisor Jones	25
Figura 10 – Quarteamento por pilha cônica	26
Figura 11 – Método de fracionamento por pá	26
Figura 12 – Processo de concentração do minério	28
Figura 13 – Quarteador Jones utilizado no teste	33
Figura 14 – Mesa utilizada no processo de catação	34
Figura 15 – Boxplot com os teores de cada granulometria	36
Figura 16 – Correlação entre IH_L e d_N	38

Lista de tabelas

Tabela 1 – Variação nos teores das amostras	4
Tabela 2 – Protocolo de Amostragem	29
Tabela 3 – Frações granulométrica utilizadas no teste	32
Tabela 4 – Quantidade de fragmentos por amostra.	33
Tabela 5 – Condições experimentais para o Teste de Heterogeneidade.	35
Tabela 6 – Resultados estatísticos Teste de Heterogeneidade	36
Tabela 7 – Valores de IH_L e d_N	37
Tabela 8 – Análise do Erro Fundamental presente no protocolo de amostragem . .	39

Lista de abreviaturas e siglas

FSE *Fundamental Sample Error*

TOS *Theory of Sampling*

Sumário

1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Objetivos	2
1.1.1	Objetivos Gerais	2
1.1.2	Objetivos Específicos	2
1.2	Justificativa	3
1.3	Organização do Trabalho	4
2	REFERENCIAL TEÓRICO	5
2.1	Conceitos básicos de estatística	5
2.1.1	Medidas de tendência central	5
2.1.1.1	Média Aritmética	5
2.1.1.2	Mediana	6
2.1.1.3	Moda	6
2.1.2	Medidas de dispersão	6
2.1.2.1	Amplitude	6
2.1.2.2	Variância	7
2.1.2.3	Desvio Padrão	7
2.1.2.4	Coeficiente de Variação	7
2.1.3	Acurácia, Precisão e Representatividade	8
2.1.3.1	Acurácia	8
2.1.3.2	Precisão	8
2.1.3.3	Representatividade	8
2.2	Amostragem	9
2.2.1	Homogeneidade e Heterogeneidade	9
2.2.1.1	Heterogeneidade Constitucional	10
2.2.1.1.1	Fator forma (f)	11
2.2.1.1.2	Fator granulometria (g)	12
2.2.1.1.3	Fator liberação (l)	12
2.2.1.1.4	Fator Mineralogia (c)	12
2.2.1.2	Heterogeneidade Distribucional	12
2.2.2	Erros de Amostragem	13
2.2.2.1	Efeito pepita in situ (INE)	14
2.2.2.2	Erro Fundamental de Amostragem (FSE)	14
2.2.2.3	Erro de segregação e agrupamento (GSE)	15
2.2.2.4	Erro de materialização do incremento (IME)	16

2.2.2.4.1	Erro de delimitação do incremento (IDE)	16
2.2.2.4.2	Erro de extração do incremento (IEE)	16
2.2.2.4.3	Erro de preparação do incremento (IPE)	16
2.2.2.5	Erro de ponderação do incremento (IWE)	16
2.2.2.6	Erro de flutuação de heterogeneidade (HFE)	17
2.2.3	Teoria da Amostragem de Pierre Gy	17
2.2.4	Cálculo do Erro Fundamental de Amostragem (FSE)	18
2.3	Amostragem no setor de mineração	19
2.3.1	Amostragem de Ouro	20
2.3.2	Condições para Minimizar os Erros de Amostragem	21
2.3.3	Protocolo de amostragem	21
2.3.4	Características dos amostradores	22
2.3.4.1	Amostradores de Fluxo Contínuos	22
2.3.5	Técnicas de redução de amostras	24
2.3.5.1	Quarteador Jones	24
2.3.5.2	Método de divisão por pá	25
2.3.5.2.1	Quarteamento por pilhas cônicas	25
2.3.5.2.2	Fracionamento por pá	25
3	DESCRICHÃO DAS OPERAÇÕES	27
3.1	A empresa	27
3.2	Planta de concentração de minério	27
3.3	Protocolo de amostragem	28
3.3.1	Amostragem na planta de concentração	28
3.3.2	Amostragem no laboratório químico	28
4	METODOLOGIA	30
4.1	Teste de Heterogeneidade	30
4.2	Procedimento experimental	32
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
5.1	Cálculo do Fator Heterogeneidade Constitucional	37
5.2	Análise do protocolo de amostragem	38
6	CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS	40
	REFERÊNCIAS	41
	APÊNDICE	43

1 Introdução

No contexto de uma indústria mineral o equilíbrio no processo produtivo é definido pela reconciliação, processo que compara a massa e teor gerados por modelos geológicos com a massa e teor obtido pela planta de beneficiamento. Para o levantamento dos dados utilizados nesta comparação é necessário realizar amostragens ao longo do processo, sendo assim, erros nestes tipos de procedimentos levam a geração de dados inconsistentes resultando em análises errôneas do sistema de reconciliação.

Os dados levantados com a reconciliação geram conclusões a respeito do rendimento da operação, qualidade na recuperação do minério, precisão do modelo geológico, e consequentemente expõem a condição financeira do processo. Assim, se um modelo aponta que o teor está alto mas nos dados do beneficiamento a recuperação está baixa, tem-se uma inconsistência de informações, em que, em parte dos casos, são geradas por erros no processo de amostragem. Assim, segundo Hajj (2013) a qualidade e a confiabilidade das amostras são fundamentais para garantir a confiabilidade nos resultados de reconciliação.

O processo de amostragem é fundamental para o controle da qualidade da produção e seu erro pode gerar perdas econômicas significativas. Logo, o impacto econômico a longo prazo pode chegar à perda de bilhões de dólares segundo Carrasco, Carrasco e Jarra (2004).

Um plano de amostragem eficiente é aquele que relaciona os custos de amostragem com a precisão necessária para os resultados, uma vez que quanto mais preciso maior será o custo associado (FERREIRA, 1989). Sendo assim, o fato de ter amostragens que geram uma gama de dados sobre o processo, de nada vale se as amostras não forem suficientemente representativas. A dificuldade em obter melhorias na precisão, reprodutibilidade e sensibilidade das amostras, em grande parte dos casos, não estão relacionadas a melhorias em equipamentos ou na habilidade de analistas, mas sim na dificuldade de obter amostras representativas, algo que em casos de minérios com baixas concentrações, como, por exemplo o ouro, são ainda mais difíceis (CHIEREGATTI, 2007).

Esta dificuldade está associada ao fato de as amostras não serem totalmente idênticas ao material de onde foram retiradas. Isso ocorre pois, a heterogeneidade do material ocasiona em erros, que estão presentes em todo processo de amostragem. Imagine dois fragmentos retirados de um dado lote, por mais que pertençam ao mesmo material existem diferenças entre eles, esta diferença origina os erros. Assim a Teoria de Amostragem elaborada por (GY, 2004) tem como objetivo controlar e minimizar estes erros, os quais, quando relacionados à heterogeneidade constitucional do material, são denominados Erros Fundamentais de Amostragem (FES - Fundamental Error Sample) (CHIEREGATTI, 2007).

A heterogeneidade constitucional está relacionada às propriedades intrínsecas a cada fragmento de um lote, analisando-os um a um, e só poderia ser totalmente eliminada

se todos os fragmentos fossem idênticos em massa, forma, densidade e tamanho. Portanto, a heterogeneidade constitucional relativa a todos os fragmentos de um lote somente varia se houver outra etapa de cominuição (redução de granulometria) caso contrário permanece a mesma e pode ser utilizada para calcular o Erro Fundamental de Amostragem. (CHIEREGATTI, 2007)

O Erro Fundamental de Amostragem (FSE) é o menor erro gerado quando se trata de um processo ideal de amostragem, porém seu valor nunca chega a zero, ou seja, é possível minimizar mas nunca eliminar o erro. Devido ao seu baixo valor o FSE é caracterizado por sua variância, calculada através de uma fórmula proposta por Gy (2004) relacionada aos teores do lote e suas respectivas massas, e que também possibilita o cálculo das massas mínimas representativas para o processo de amostragem.

Devido a dificuldade em calcular um dos fatores presentes na equação de Gy (1998) foi elaborado por Pitard (2004) um procedimento experimental denominado Teste de Heterogeneidade que tem como objetivo fornecer condições ideais para calibrar a equação e desta forma, torna possível o cálculo do FSE. A calibração da equação deve ser feita para cada tipo de material, assumindo uma singularidade quando se trata das características do depósito.

Portanto, a Teoria de Amostragem possibilita o cálculo do FSE dentro do protocolo de amostragem, de forma que seja possível identificar se o mesmo está adequado, analisando se seu valor é igual ou menor ao erro aceitável para o processo.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivos Gerais

O presente estudo tem como objetivo principal analisar o protocolo de amostragem do minério de ouro em um processo que antecede o beneficiamento, de modo que seja possível concluir se o FSE (erro fundamental de amostragem) se enquadra no mínimo permitido para o processo e assim propor alternativas que visem a diminuição do mesmo.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Estudar o protocolo de amostragem do material de interesse;
- Realizar o teste de heterogeneidade para que os resultados obtidos sejam utilizados como base para o cálculo da constante de heterogeneidade constitucional;
- Calcular as constantes k e α através dos dados de massa e teor obtidos pelo teste de heterogeneidade;

- Calcular a constante de heterogeneidade constitucional do material de interesse com base nas constantes k e α e no diâmetro do material em cada etapa do protocolo de amostragem;
- Calcular o Erro Fundamental de Amostragem (FSE) das etapas do protocolo de amostragem do material de interesse;
- Propor medidas que visem otimizar o protocolo de amostragem do material de interesse através dos cálculos realizados para o FSE.

1.2 Justificativa

O material de interesse utilizado neste trabalho é amostrado de um novo processo, ainda em estudo, o qual será inserido na etapa que antecede o início do beneficiamento do minério de ouro, em uma mineradora localizada no interior de Minas Gerais. O processo tem como objetivo concentrar o material vindo da mina, retirando o máximo de rejeito, de modo que seja possível otimizar o processo de beneficiamento do minério, que, posteriormente, será enviado para a planta metalúrgica. Tratando-se de um novo processo, a amostragem se torna ainda mais importante, pois indica se os resultados esperados estão realmente sendo alcançados.

O processo de concentração do minério ocorre através de uma máquina de Raio X (XRT) e outra de Raio Laser. A primeira separa o material em Produto (*Eject Product - EP*) e Rejeito (*Accept Waste - AW*), através da diferença de densidade entre os fragmentos, e como o ouro e os minerais a ele associados possuem alta densidade, são ejetados pela máquina, e o rejeito por ter baixa densidade é aceito e segue no processo. A máquina de Raio Laser separa o material, AW rejeito da XRT, de acordo com a difração do raio na superfície dos fragmentos, deste modo é formado o novo Rejeito (*Accept Waste Scavenger - AWS*) e o novo Produto (*Eject Product Scavenger - EPS*). O processo apresenta várias formas de configuração. A explicação apresentada se refere à forma como o material a ser estudado foi coletado no processo. No fim, o EP e EPS são enviados para a planta de beneficiamento e o AWS é descartado.

Em dezembro de 2018 foi realizado um estudo sobre a variação nos teores das amostras obtidas na planta em questão. Foram coletadas 40 amostras, a cada 3 minutos, de cada um dos produtos (EP e EPS) e do rejeito (AWS). A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos.

Logo, a motivação para realização do estudo partiu da variação existente entre os teores das amostras do produto EPS. Foi então levantada a hipótese que a variância entre as amostras poderia estar vinculada ao erro no processo de amostragem do material. Assim, surgiu a necessidade de analisar o FSE presente no protocolo de amostragem do mesmo. A partir desta análise, será possível conhecer a constante de heterogeneidade constitucional

Material	Variância	Desvio Padrão	Coefficiente de Variação
EPS	9.738	3.121	202,3%
EP	0.4375	0.661	36,2%
AWS	0.050	0.224	51,1%

Fonte: Chieregati (2019)

Tabela 1 – Variação nos teores das amostras

do material e avaliar se a massa mínima utilizada no processo de amostragem realmente é representativa.

1.3 Organização do Trabalho

O presente trabalho foi dividido em: Capítulo 1, Introdução, aborda uma breve explicação sobre o tema, a motivação para o estudo bem como os objetivos esperados com o mesmo; Capítulo 2, Referencial Teórico, apresenta os principais conceitos necessários para compreensão do trabalho; Capítulo 3, Descrição das Operações, descreve as operações da planta que origina o material em estudo bem como seu processo de amostragem; Capítulo 4, Metodologia, apresenta o protocolo do Teste de Heterogeneidade, o qual foi utilizado como base para a realização dos procedimentos experimentais, também apresentado nesta seção; Capítulo 5, Resultados e Discussões, apresenta a aplicação dos resultados obtidos no teste, e a análise do protocolo de amostragem; e por fim, Capítulo 6, onde é apresentado a conclusão e sugestões para trabalhos futuros.

2 Referencial teórico

Esta seção apresenta os principais conceitos que serão necessário para a realização do presente estudo e se divide em: Conceitos básicos de estatística, Amostragem e Amostragem na mineração.

2.1 Conceitos básicos de estatística

Os conceitos estatísticos são fundamentais para verificar a precisão do processo de amostragem, assim segundo Chierigatti (2007, p.14) "eles podem ligar a teoria à realidade". A seguir serão apresentados conceitos de Medidas de tendência central, Medidas de Dispersão e Acurácia, Precisão e Representatividade.

2.1.1 Medidas de tendência central

As medidas de tendência central possibilitam a localização da maior concentração de valores de uma dada distribuição, ou seja, se estão localizados no início, meio ou final. (RIBEIRO, 2015). As medidas mais utilizadas quando se refere à tendência central são média aritmética, mediana e moda.

2.1.1.1 Média Aritmética

A média aritmética é obtida através da divisão entre um conjunto de números somados pela soma da quantidade deles. Representa uma das medidas mais utilizadas pela estatística para prever a tendência dos dados. A média aritmética pode ser de dois tipos: simples ou ponderada.

Segundo Piana, Machado e Selau (2009, p.37) "a média aritmética simples é calculada considerando que todas as observações participam com o mesmo peso". Sendo assim para um conjunto de n dados (x_1, x_2, \dots, x_n) a média aritmética simples é calculada por:

$$X = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (2.1)$$

Já a média aritmética ponderada, segundo Bortoleto (2015, p.29), "é utilizada quando se necessita atribuir pesos diferentes aos valores obtidos na amostragem". Sendo assim, se os dados (x_1, x_2, \dots, x_n) forem associadas aos pesos (p_1, p_2, \dots, p_n) , a média aritmética ponderada é calculada através da Equação 2.2 (PIANA; MACHADO; SELAU, 2009).

$$X_p = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i p_i)}{\sum_{i=1}^n p_i} \quad (2.2)$$

2.1.1.2 Mediana

A Mediana representa o valor que se encontra no centro de uma série de dados estando estes organizados de forma crescente. Como valor central, a mediana permite dividir a sequência de modo que haja a mesma quantidade de dados antes e depois da sua posição.

Para calcular a mediana devem ser consideradas duas situações: número ímpar de dados ou número par de dados. Para a primeira, a mediana é representada pelo dado central, o qual, considerando n como a quantidade total de dados, a posição p do dado que representa a mediana é encontrada a partir da Equação 2.3.

$$p = \frac{n + 1}{2} \quad (2.3)$$

Assim, para a segunda situação, ao realizar o cálculo da posição o resultado não será um número inteiro. A mediana será representada pela média aritmética entre os dois valores centrais x_{p_1} e x_{p_2} calculada através da Equação 2.4.

$$Md = \frac{x_{p_1} + x_{p_2}}{2} \quad (2.4)$$

2.1.1.3 Moda

A moda representa, em uma série de dados, aquele que mais se repete, ou seja, que possui a maior frequência. Segundo Bortoleto (2015, p.30), "no gerenciamento diário de processos a moda é muito utilizada em gráficos de Pareto no levantamento de falhas".

Considere a seguinte sequência de dados 1,5,5,9,6,8,4,5,9,8. Neste caso o número 5 representa a moda, uma vez que, é o valor que tem a maior frequência.

2.1.2 Medidas de dispersão

Medidas de dispersão são utilizadas para analisar o quão variável ou disperso estão os dados em relação a média e assim permitem medir o quanto a média realmente representa do processo (PIANA; MACHADO; SELAU, 2009). Podem ser utilizadas para identificar, por exemplo, anomalia em processos. A Figura 1 apresenta as medidas de dispersão.

2.1.2.1 Amplitude

Amplitude representa o valor obtido através da subtração entre o maior e o menor valor de um dado conjunto de dados. Representa a medida mais simples de dispersão mas de significativa importância para identificar o limite dos dados.

$$A = x_{máx} + x_{min} \quad (2.5)$$

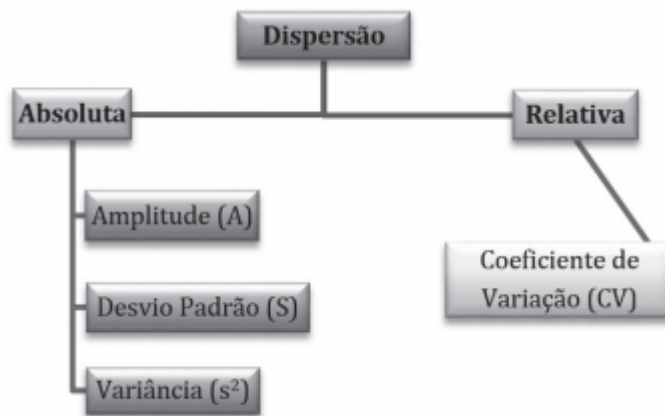


Figura 1 – Medidas de Dispersão

Fonte: (RIBEIRO, 2015, p.47)

2.1.2.2 Variância

A variância (s^2) representa a distância entre os valores do conjunto em relação a média dos mesmos. Assim, segundo Piana, Machado e Selau (2009, p.47), "é a medida de dispersão mais utilizada, seja pela sua facilidade de compreensão e cálculo, seja pela possibilidade de emprego na inferência estatística". Sendo n a quantidade total de dados e i a posição do dado no conjunto, a variância é calculada por:

$$s^2 = \frac{(x_i - x)^2}{n} \quad (2.6)$$

2.1.2.3 Desvio Padrão

O desvio-padrão representa o erro associado a representatividade da média perante os valores dos dados, ou seja, o quão diferente seria o dado em relação a média de dados de um conjunto. Assim, o cálculo do desvio padrão é obtido a partir da raiz quadrada da variância:

$$s = \sqrt{(s^2)} = \sqrt{\frac{(x_i - x)^2}{n}} \quad (2.7)$$

2.1.2.4 Coeficiente de Variação

O coeficiente de variação indica o grau de concentração dos dados, é útil para avaliar quão homogênea é a distribuição dos mesmos. Assim consiste na relação entre o desvio-padrão(s) e a média x através da seguinte fórmula:

$$CV = \left(\frac{s}{x}\right).100 \quad (2.8)$$

Segundo Ribeiro (2015, p.50), "diz-se que uma distribuição tem: baixa dispersão quando $CV \leq 25$, média dispersão: $25\% < CV < 70\%$ e alta dispersão: $CV \geq 70\%$. Quanto menor for o valor do coeficiente de variação, mais homogêneos serão os dados".

2.1.3 Acurácia, Precisão e Representatividade

Os conceitos de Precisão, Acurácia e representatividade são de suma importância para a análise estatística das amostras. A Figura 2 representa cada um dos conceitos de forma ilustrativa.

2.1.3.1 Acurácia

Acurácia é a medida que indica quanto o valor da amostra varia em relação ao valor real. Segundo Chierigatti (2007, p.21) "acurácia é independente da precisão e uma amostra é dita acurada quando o erro de amostragem possui sua média m_{SSE} próxima de zero".

2.1.3.2 Precisão

Se o objetivo for medir a variabilidade da amostra em relação a média do lote que foi retirada é utilizada a precisão. Logo, segundo Luz, Sampaio e Almeida (2004, p.31), "um processo de amostragem é dito preciso quando os valores do erro de seleção da amostra SSE são pouco dispersos ao redor de sua média, independentemente de a média do erro de seleção m_{SSE} ser zero ou diferente de zero".

2.1.3.3 Representatividade

Quando o processo de amostragem une precisão e acurácia pode ser considerado representativo. Assim, Bortoleto (2015, p.28) cita que "uma amostra é representativa se as seguintes condições forem satisfeitas: a amostra é acurada, isto é, correta e não enviesada; e a amostra é precisa isto é, suficientemente reproduzível".



Figura 2 – Acurácia, Precisão e Representatividade

Fonte: (BORTOLETO, 2015, p.34)

2.2 Amostragem

O processo de amostragem consiste em retirar uma parte, definida como amostra, de um todo, definido como população. Em processos de produção, a amostragem pode ser utilizada para avaliar a qualidade, através de análises estatísticas, tornando possível chegar a conclusões sobre a população utilizando uma parte da mesma, a amostra. Assim, a amostragem torna possível análises de grandes quantidades a partir de pequenas quantidades. Sem esta técnica ficaria inviável analisar a população como um todo.

Sendo assim, o processo de amostragem consiste na redução do número de elementos de uma população, de modo que a relação entre amostra e população aconteça a partir da margem de um erro, determinado por sua variância. A análise da representatividade da amostra é relacionada ao valor da variância, quanto mais próximo de zero for este valor mais confiável será a relação (ROCHA; ULIANA, 2015).

Como exemplo de processo de amostragem Koyama, Chierigati e Eston (2010) apresentam a pesquisa de intenção de votos em uma eleição. A pesquisa não precisa ser feita entrevistando todas as pessoas de uma cidade para estimar qual candidato seria eleito. É possível coletar a intenção de votos de uma parte da população. Porém, para que a coleta represente a informação exata, sem erros associados, teríamos que considerar a população como homogênea, ou seja, que todos votariam no mesmo candidato, algo que tornaria inviável a pesquisa. Desta forma, devido a heterogeneidade da população temos um erro associado a diferença entre as intenções coletadas e a intenção de toda a população. Da mesma forma que a intenção de votos em uma cidade apresenta heterogeneidade, todo material geológico também apresenta.

2.2.1 Homogeneidade e Heterogeneidade

Segundo Chierigatti (2007) o conceito de homogeneidade é relativo, uma vez que, depende da perspectiva de análise. Um exemplo citado pela autora se refere a observação de uma pilha de areia, a qual pode dar a impressão de ser homogênea, portanto, ao utilizar uma lupa para observar os grãos a homogeneidade deixa de ser percebida. Assim é possível identificar a grande diferença que existe entre os grãos, principalmente em relação a cores, tamanhos e formas.

Também segundo Chierigatti (2007, p.26), "a diferença entre homogeneidade e heterogeneidade é quantitativa: homogeneidade é a condição inatingível de heterogeneidade ZERO, ou seja, é um caso limite da heterogeneidade". Sendo assim, na perspectiva da amostragem, um material nunca é homogêneo por completo, logo, neste processo sempre estará presente a heterogeneidade. A heterogeneidade de um material é representada por categorias: a heterogeneidade constitucional, formada por um único elemento constituinte; e heterogeneidade distribucional, formada por um grupo de elementos constituintes.

Quando um grupo não é totalmente igual em sua composição a outro incremento

ou grupo do mesmo lote consideramos que existe heterogeneidade distribucional (DH_L). Deste modo, a diferença entre incrementos dos grupos do lote é definida pelo DH_L . O valor desta diferença pode ser reduzido por homogeneização, mas, por outro lado, pode aumentar devido a concentração por gravidade sendo induzida ou natural e por segregação (PITARD; FRANÇOIS-BONGARÇON, 2011).

Já a característica intrínseca dos fragmentos de um lote, quando observados de forma individual, é definida como heterogeneidade constitucional (CH_L). A mesma é relacionada a característica dos fragmentos como: forma, tamanho, densidade, e só seria zero se todas fossem exatamente iguais (PITARD, 1993). A CH_L relativa aos fragmentos possui variabilidade imutável, a menos que ocorra outra etapa de cominuição.

2.2.1.1 Heterogeneidade Constitucional

Quando visualizamos uma porção de massa de minério, é possível observar a diferença entre os fragmentos. Esta diferença representa exatamente a heterogeneidade constitucional do material, a qual origina os erros provenientes da amostragem (ROCHA; ULIANA, 2015).

Sendo assim, o conhecimento da heterogeneidade constitucional de uma amostra permite que protocolos de amostragem sejam criados e revisados, possibilitando calcular o erro proveniente do mesmo e a massa mínima necessária para representar o material analisado (KOYAMA; CHIEREGATI; ESTON, 2010).

Quando se deseja avaliar a heterogeneidade constitucional, dois fatores se destacam: massa e teor. Assim, para um material homogêneo, o teor do fragmento i dado por a_i deve ser igual ao teor do lote dado por a_L , logo a heterogeneidade de um fragmento h_i pode ser considerada como $a_i - a_L$, a qual também pode ser representada por $(a_i - a_L)/a_L$ se tornando adimensional. Dentre os fatores considerados temos um qualitativo e quantitativo (teor a_i) e outro somente quantitativo (massa M_i). Segundo Bortoleto (2015, p.33), "na escala do lote L , a flutuação gerada por um fragmento F_i é função crescente de sua massa M_i . Portanto, h_i é proporcional ao produto $(a_i - a_L)M_i$, e seu valor relativo e adimensional é proporcional a $(a_i - a_L)M_i/(a_L M_z)$ ". Assim, a heterogeneidade é definida através da Equação 2.9.

$$h_i = \frac{(a_i - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_i}{M_Z} = N_F \frac{a_i - a_L}{a_L} \cdot \frac{M_i}{M_Z} \quad (2.9)$$

Sendo M_Z a massa média dos fragmentos do lote, M_L a massa total do lote e N_F o número de fragmentos.

O cálculo da heterogeneidade h_i está relacionado apenas a fatores intrínsecos dos fragmentos, considerando-os separadamente, e assim não é possível encontrar a heterogeneidade de um lote. Para realizar o cálculo da heterogeneidade constitucional (CH_L) para

um dado lote L é preciso definir a variância das heterogeneidades h_i dos N_F fragmentos deste lote:

$$CH_L = s^2(h_i) = \frac{1}{N_F} \sum_i (h_i)^2 = N_F \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2}{(a_L)^2} \frac{(M_i)^2}{(M_L)^2} \quad (2.10)$$

Como é inviável contar o número de fragmentos de um lote, é preciso simplificar a equação CH_L . Para isto, basta multiplicar a equação pela média de um fragmento M_L/N_F . Assim chega-se a fórmula do Fator Constante de Heterogeneidade Constitucional (IHL):

$$IHL = \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2}{(a_L)^2} \frac{(M_i)^2}{(M_L)} \quad (2.11)$$

A aproximação paramétrica desenvolvida por Gy correlaciona o tamanho e o teor dos fragmentos com a densidade, desta forma é possível relacionar o produto entre dois fatores X e Y a Equação (2.11).

$$IHL = \sum_{\alpha} v_{\alpha} \cdot \sum_{\beta} \lambda_{\beta} \frac{(a_{\alpha\beta} - a_L)^2}{(a_L)^2} \frac{M_{L\alpha\beta}}{M_L} \quad (2.12)$$

Em que v_{α} é a variação do teor dos fragmentos em função do tamanho e λ_{β} é a variação do teor em função da densidade. Uma vez que o teor é muito mais sensível a variação da densidade do que ao tamanho do fragmento, $a_{\alpha\beta}$ pode ser substituído por a_{β} , chegando a seguinte equação.

$$IHL = X.Y = \left[\sum_{\Sigma} \frac{v_{\alpha} M_{L\alpha}}{M_L} \right] \cdot \left[\sum_{\beta} \lambda_{\beta} \frac{(a_{\beta} - a_L)^2}{(a_L)^2} \frac{M_{L\beta}}{M_L} \right] \quad (2.13)$$

O fator X é relacionado à fração de tamanho α e composto pela multiplicação do fator forma (f), granulometria (g) e diâmetro (d_{95}). Já o fator Y está relacionado à fração densidade e é composto pela multiplicação do fator mineralogia (c) e liberação (l). Assim, a equação do IHL pode ser representada por:

$$IHL = c.l.f.g.d^3 \quad (2.14)$$

2.2.1.1.1 Fator forma (f)

Segundo Pitard (1993) o fator forma pode ser definido como fator de cubicidade, uma vez que, quando seu valor é igual a 1 significa que todos os fragmentos são cubos perfeitos. Sendo que, para a maioria dos minerais $f=0,5$, com algumas variações como o minério de ouro que apresenta $f=0,2$.

2.2.1.1.2 Fator granulometria (g)

Este fator está relacionado a variação de tamanho dos fragmentos da amostra, sendo que, o valor igual a 1 significa que o material está perfeitamente calibrado (BORTOLETO, 2015). Seguem abaixo alguns valores de (g) associado a calibração:

- $g = 0,25$ materiais não calibrados, como por exemplo produto de britador;
- $g = 0,55$ para materiais calibrados resultante do peneiramento entre duas malhas;
- $g = 0,75$ materiais naturalmente calibrados como, por exemplo, grãos de feijão.

2.2.1.1.3 Fator liberação (l)

O fator liberação está relacionado a malha de liberação, seu valor varia de 0 a 1, sendo que, para materiais homogêneos $l=0$ e quando o material está completamente liberado $l=1$. O fator é associado ao d_{95} e ao diâmetro de liberação d_l .

2.2.1.1.4 Fator Mineralogia (c)

Segundo Bortoleto (2015), o fator mineralogia é definido pela seguinte equação:

$$c = \lambda_M \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} + \lambda_g(1 - a_L) \quad (2.15)$$

Em que λ_M é a densidade do mineral de interesse, λ_g é a densidade do mineral que não é de interesse mas compõe a amostra (ganga) e a_L o teor do lote.

2.2.1.2 Heterogeneidade Distribucional

A maneira como os fragmentos de grupos diferentes se relacionam trata-se da heterogeneidade distribucional (DH_L). Segundo Chierigatti (2007) a respectiva heterogeneidade é relacionada a três fatores: heterogeneidade constitucional (CH_L), distribuição espacial dos constituintes e a forma do lote. Como a heterogeneidade é muito influenciada pelas forças gravitacionais, a forma do lote representa um fator importante quando se trata de DH_L . Para que seja considerada homogênea, é necessário que todos os fragmentos do lote possuam a mesma composição média.

Assim, como já apresentado, da mesma forma que é possível calcular a heterogeneidade de cada fragmento h_i , também é possível calcular de cada grupo h_n por:

$$h_n = \frac{a_n - a_L}{a_L} \cdot \frac{M_n}{M_L} = N_G \frac{a_n - a_L}{a_L} \cdot \frac{M_n}{M_L} \quad (2.16)$$

Em que h_n representa a heterogeneidade dos grupos dentro do lote, M_N a massa de qualquer fragmento G_n do lote, M_L a massa total do lote, a_n conteúdo de interesse dos

fragmentos, a_L o valor médio do conteúdo de interesse para o lote, N_G número de grupos de fragmento.

Assim considerando a variância da heterogeneidade de cada grupo de fragmentos de um lote calculamos a heterogeneidade distribucional DH_L do lote pela fórmula:

$$DH_L = S^2(h_n) = \frac{1}{N_G} \sum_n h_n^2 = N_G \sum_n \frac{(a_n - a_L)^2}{(a_L)^2} \cdot \frac{(M_n)^2}{(M_L)^2} \quad (2.17)$$

2.2.2 Erros de Amostragem

O Erro de amostragem consiste da diferença entre o teor real da amostra e o teor do lote selecionado e, mesmo que a amostra seja coletada em condições perfeitas de amostragem ainda terá um erro mínimo, o menor existente, associado ao processo. Para que esta condição aconteça na prática, algo que nunca acontece, todos os fragmentos devem ter a mesma probabilidade de serem selecionados de modo individual, um a um (FRANÇOIS-BONGARÇON; GY, 2002).

Logo todo processo de amostragem está passível a erro. Segundo Luz, Sampaio e Almeida (2004, p.38), "o processo de estimativa dos erros envolve três estágios: (1) amostragem primária ou seleção da amostra; (2) amostragem secundária ou preparação da amostra e (3) análise química da amostra". Assim, os erros nestes estágios são caracterizados por sua variância, de modo que é possível obter o erro global de estimativa (OEE) através da soma de todos os erros dos estágios.

Conforme exposto na Figura 3 o Erro Global de Estimativa (OEE) é composto por: Erro Total de Amostragem (Total Sample Error, TSE) e o Erro Analítico (Total Analytical Error, TAE). Sendo o TSE associado à característica intrínseca do material ou obtidos através dos tipos de processos de amostragem, e as etapas e equipamentos utilizados no mesmo. Já o TAE corresponde ao erro originado no laboratório.

O Erro Total de Amostragem é subdividido em dez erros de acordo com suas origens. Aqueles associados a origem do material particulado são: Efeito pepita in situ (*In situ Nugget Effect, INE*); Erro Fundamental da Amostragem (*Fundamental Sample Error, FSE*); Erro de segregação e agrupamento (*Grouping and Segregation Error, GSE*). Os obtidos através dos tipos de processo de amostragem são: Erros de flutuação de heterogeneidade (*Heterogeneity Fluctuation Error, HFE1, HFE2, HFE3*). Já os obtidos pelas etapas de amostragem e pelos equipamentos utilizados são: Erros de delimitação (*Increment Delimitation Error, IDE*); Erros extração (*Increment Extraction Error, IEE*); Erros de preparação (*Increment Preparation Error, IPE*); e Erros de ponderação dos incrementos (*Increment Weighting Error, IWE*) (VILLANOVA, 2018). A Figura 4 apresenta um esquema que resume a origem e natureza dos erros.



Figura 3 – Diagrama dos Erros

Fonte: (CHIEREGATTI, 2007)

2.2.2.1 Efeito pepita in situ (INE)

Originado através da heterogeneidade do material anterior à fragmentação, correspondente a estrutura geológica do material. Assim, o efeito pepita representa a diferença obtida entre duas amostras coletadas do mesmo ponto. Segundo Bortoleto (2015, p.31) "quanto maior o efeito pepita, maior a variabilidade, tornando maior a dificuldade de uma amostragem representativa".

2.2.2.2 Erro Fundamental de Amostragem (FSE)

Dentre os dez erros que compõem o Erro Total de Amostragem o Erro Fundamental de Amostragem (FSE) será o enfoque do trabalho a ser realizado, sendo que o mesmo consiste no menor existente para uma amostra coletada em condições ideais, não podendo ser eliminado e sim apenas controlado e minimizado. Gy (2004) define o FSE como função da heterogeneidade constitucional e causado pela diferença dos tamanhos de partícula, forma, densidade, teor e propriedades físicas.

O Erro Fundamental deve ser caracterizado por sua variância, uma vez que, por possuir baixo valor, tem uma média insignificante. Assim, para realizar o cálculo, é utilizado a 'fórmula de GY', a qual é bem conhecida quando se trata de erro de amostragem

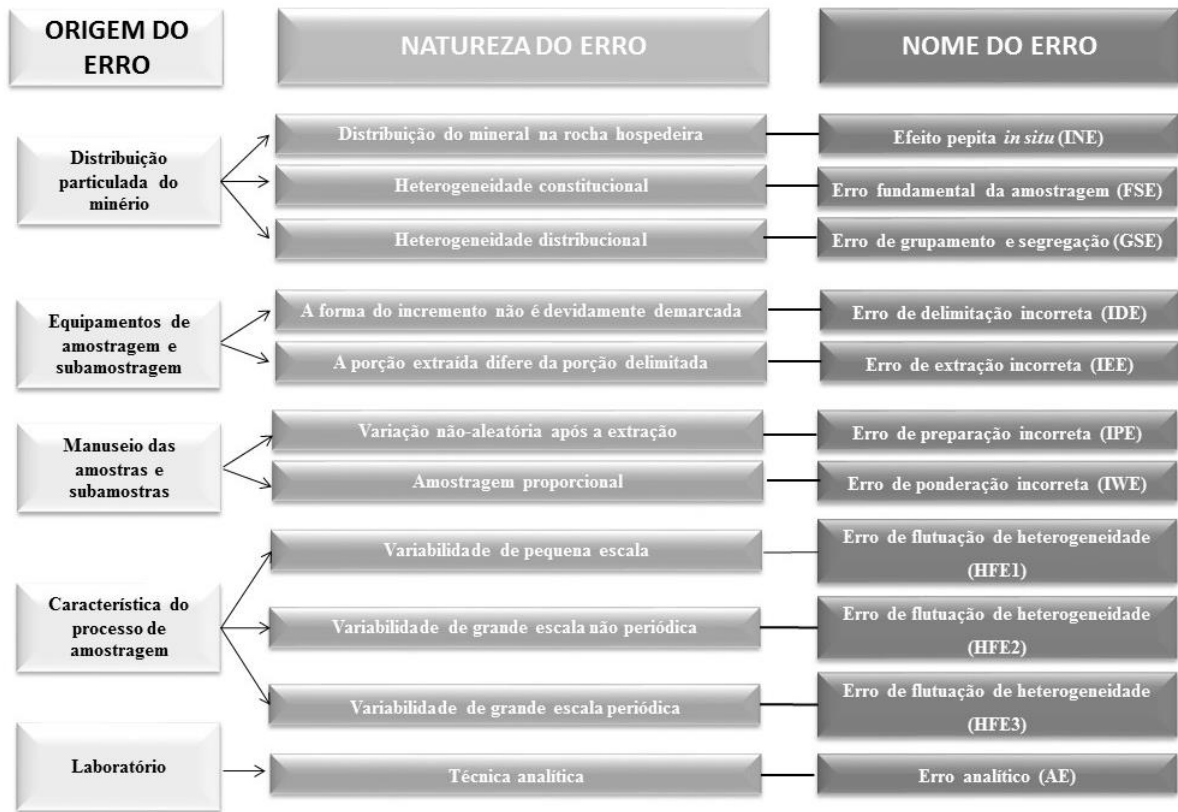


Figura 4 – Natureza dos erros

Fonte: (VILLANOVA, 2018)

(CHIEREGATTI, 2007).

$$s^2(FSE) = c.l.f.g.d^3\left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L}\right) \quad (2.18)$$

Em que $s^2(FSE)$ é a variância relativa do FSE, M_S a massa da amostra, M_L a massa do lote, d diâmetro da peneira que retém 5% dos fragmentos (top-size, d_{95}) ou o diâmetro nominal, e $clfg$ são os fatores apresentados na sessão 2.2.1.1, os quais também podem ser obtidos experimentalmente como será abordado nas próximas sessões. Logo, a Equação (2.18) pode também representada pela Equação (2.19).

$$s^2(FSE) = IH_L\left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L}\right) \quad (2.19)$$

2.2.2.3 Erro de segregação e agrupamento (GSE)

A diferença na constituição das amostras relacionada à composição, forma, tamanho e densidade dos fragmentos, quando associado a força gravitacional ocasionam na segregação dos mesmos, tal segregação está associada a heterogeneidade distribucional. Segundo Villanova (2018), a coleta de um número máximo de fragmentos, sendo estes os de menor

tamanho possível, reduz o GSE. Logo, existe uma relação entre o tamanho dos incrementos e o erro de segregação, quanto maior o tamanho maior será o erro.

2.2.2.4 Erro de materialização do incremento (IME)

O Erro de materialização é a soma do Erro de extração do incremento (IEE), Erro de delimitação do incremento (IDE) e Erro de preparação do incremento (IPE) . Sendo o mesmo obtido por:

$$ME = IDE + IEE + IPE \quad (2.20)$$

2.2.2.4.1 Erro de delimitação do incremento (IDE)

O erro de delimitação do incremento (IDE) corresponde a diferença entre a delimitação correta relacionada ao tamanho, forma, geometria e morfologia do incremento, em relação à delimitação que está sendo utilizada no processo. Quando se trata de fluxo contínuo, a delimitação ocorre pelo tamanho do fragmento, já em amostragem, por exemplo, em canaleta, a amostragem é feita por um corte perpendicular ao fluxo.

2.2.2.4.2 Erro de extração do incremento (IEE)

Assim, após garantir a melhor delimitação é necessário definir o modo de extração, sendo que os erros neste processo são originados pela interação entre o material a ser amostrado e as ferramentas utilizadas no processo, gerando uma diferença entre o real e o realizado. Segundo Villanova (2018) "em amostras de canaletas, raramente é possível anular esse erro, devido ao uso de ferramenta inadequada, à perda ou à retirada excessiva de material".

2.2.2.4.3 Erro de preparação do incremento (IPE)

O Erro de preparação consiste em toda a variação obtida após a fase de extração, a qual está relacionada a alterações durante o transporte, secagem, moagem, britagem e peneiramento (GY, 2004).

2.2.2.5 Erro de ponderação do incremento (IWE)

Segundo Bortoleto (2015, p.32) "durante uma amostragem em transportador de correia, por exemplo, todos os incrementos devem ser proporcionais à vazão mássica do material no instante em que estão sendo amostrados. Caso a proporção não esteja correta ocasiona no Erro de ponderação do incremento". Logo, é necessário que exista uma proporção entre o processo de amostragem e a vazão mássica de um fluxo, sendo assim, as vazões não podem sofrer grandes variações.

2.2.2.6 Erro de flutuação de heterogeneidade (HFE)

O Erro de flutuação de heterogeneidade é originado da movimentação do minério ao longo do processo produtivo. Assim, ao passar por etapas como, por exemplo, no transporte em correias, ocasiona na modificação do material originando o erro. O mesmo é classificado em três erros:

- Erro de flutuação de heterogeneidade 1 (pequena escala): é resultante do método utilizado para tomar a amostra e ocorre, por exemplo, entre amostras em uma correia, com 1 metro de distância entre si;
- Erro de flutuação de heterogeneidade 2 (grande escala não periódica): gerado por variações no processo, como alimentação da correia. Pode ser reduzido aumentando a frequência de amostragem;
- Erro de flutuação de heterogeneidade 3 (grande escala periódica): ciclos não aleatórios que tendem a ser contínuos. O erro é gerado pela heterogeneidade periódica que afeta os lotes de uma dimensão.

2.2.3 Teoria da Amostragem de Pierre Gy

Ao avaliar o processo de amostragem pode-se concluir que, por mais eficaz que seja, dificilmente uma amostra representará características idênticas ao material ao qual foi originada. Este fato acontece devido ao erro de amostragem presente no processo. Assim a Teoria da Amostragem (TOS - Theory of Sampling) proposta por Pierre Gy, visa controlar e minimizar este erro, de modo que seja possível analisar o processo de seleção da amostra com o objetivo de eliminar os erros sistemáticos e minimizar os erros aleatórios (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

Analisando o panorama histórico da evolução dos estudos sobre amostragem, Villanova (2018) cita uma passagem do trabalho de (GY, 2004) a qual considera Brunton o pioneiro no assunto amostragem, já que, em 1865, propôs uma fórmula que considerava a massa da amostra proporcional ao cubo da maior partícula do material de origem. Porém, para satisfazer a fórmula era preciso que houvesse o mesmo número de fragmentos para diferentes tamanhos, algo que dificultava o processo para a indústria. Para otimizar o processo, Richards propôs, em 1908, que a proporção fosse alterada, e ao invés de ser pelo cubo da maior partícula, seria pelo quadrado da mesma. Já em 1945, foi proposto por Hassialis um modelo baseado em estatística multinomial, a qual utilizava de vários parâmetros e acabava por limitar sua utilidade. E Durval, em 1949, apresentou um modelo que considerava que as amostras deveriam ter a mesma massa, baseado em um modelo binomial. Assim é possível constatar que, as teorias de amostragem propostas antes da TOS, não consideravam as propriedades mineralógicas dos minérios, e sim, apenas questões geométricas e de distribuições estatísticas.

Assim, a Teoria de Amostragem (TOS) proposta com Gy (1998) considera que a heterogeneidade do material, correspondente a propriedade mineralógica do mesmo, representa a única fonte de todos os erros de amostragem. E que dentre os erros de amostragem existe um único erro que não pode ser eliminado denominado Erro Fundamental de Amostragem (FSE - Fundamental Sample Error) originado da heterogeneidade constitucional do material. Deste modo, a TOS propõe uma forma de calcular e controlar o FSE em busca de otimizar o protocolo de amostragem tornando a amostra mais representativa.

2.2.4 Cálculo do Erro Fundamental de Amostragem (FSE)

Como foi visto na seção 2.2.3.2, o erro fundamental consiste na relação entre o fator heterogeneidade constitucional IHL e as massas da amostra (M_S) e do lote (M_L). Segundo Chierigatti (2007, p.60), "o erro fundamental é definido como o erro que ocorre quando a seleção do incremento é correta e quando os incrementos que constituem a amostra contém um único fragmento aleatório". Assim, essa diferença entre os fragmentos é originada pela heterogeneidade constitucional do material CH_L e sua variância pode ser escrita como:

$$S_{FSE}^2 = \frac{1-P}{PN_F} CH_L = \frac{1-P}{PM_L} IHL \quad (2.21)$$

sendo N_F o número de fragmentos, M_L a massa do lote e P a probabilidade de seleção, a qual deve-se manter constante considerando uma condição ótima de amostragem. Logo:

$$M_S = PM_L \quad (2.22)$$

Substituindo a Equação (2.22) em (2.21) temos:

$$S_{FSE}^2 = \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) IHL \quad (2.23)$$

A equação acima é utilizada para calcular o FSE nas etapas do protocolo de amostragem com o objetivo de otimizá-lo. Quando a massa do lote M_L é muito maior que a massa da amostra M_S , a equação (2.23) pode ser escrita como:

$$S_{FSE}^2 = \frac{IHL}{M_S} \quad (2.24)$$

A Equação (2.14) define o IHL em função dos fatores: mineralogia (c), liberação (l), forma (f), granulometria (g) e diâmetro (d), conforme apresentado na sessão (2.2.1.1). Segundo Villanova (2018, p.34), "a dificuldade de estimar o fator de liberação fez com que Pitard (1993) e François-Bongarçon (1993) sugerissem uma forma de estimar experimentalmente o IHL". A equação 2.23 passou a ser representada por:

$$S_{FSE}^2 = \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) . K d^\alpha \quad (2.25)$$

Em que K é representado por:

$$K = f.g.c(d_l)^{3-\alpha} \quad (2.26)$$

Assim é possível reescrever a Equação (2.24) como:

$$S_{FSE}^2 = \frac{Kd^\alpha}{M_S} \quad (2.27)$$

A constantes K e α segundo Pitard (2004) devem ser calibradas para cada tipo de minério ou domínio geológico e podem ser obtidas experimentalmente.

2.3 Amostragem no setor de mineração

A vantagem competitiva de uma empresa pode ser relacionada à qualidade do banco de dados de seus processos, algo que permite análises mais confiáveis que são utilizadas para as tomadas de decisões gerenciais. Assim, para a construção de um banco de dados confiável, é necessário manter uma estratégia equilibrada no formato de um tripé proposto por Pitard o qual foi apresentado por Bortoleto (2015) na Figura 6. No setor mineral, o estilo de gerenciamento que não leva em consideração as boas práticas de amostragem faz com que o equilíbrio seja rompido e deste modo, seus dados percam a confiabilidade, prejudicando as análises de variabilidade dos processos. Segundo Bortoleto (2015, p.46), "assim como ocorre hoje com assuntos relacionados à saúde e segurança no trabalho, onde as empresas investem vários milhões de dólares, a amostragem deve estar padronizada internamente com guias, campanhas, treinamentos, auditorias internas e externa".

Com o objetivo de garantir que as boas práticas de amostragem sejam implementadas nas empresas, Bortoleto (2015) cita que é preciso seguir algumas etapas como:

- Otimização do protocolo de amostragem: constituídos por todas as etapas em que ocorra manipulação da amostra. Através de sua avaliação é possível calcular a variabilidade do material e assim poder tomar decisões sobre a representatividade do mesmo.
- Implementação prática dos protocolos nos processos: a partir da análise de variabilidade feita nas etapas do protocolo, deve-se garantir que os processos sigam o planejamento feito a partir destas análises. Um exemplo seria a determinação da massa mínima de amostragem;
- Preservação da integridade das amostras: garantir que não ocorra contaminação e perda de material durante as etapas de manipulação, de modo que a representatividade da amostra seja preservada.
- Minimização dos erros analíticos: garantir as boas práticas laboratoriais, de modo que a confiabilidade nas análises seja preservada.

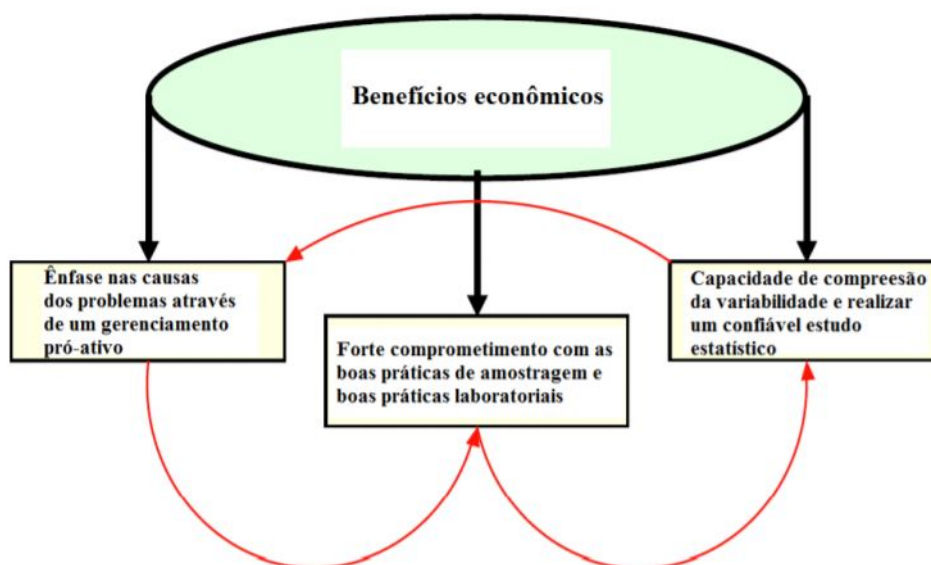


Figura 5 – Tripé de sustentação

Fonte: (BORTOLETO, 2015)

A confiabilidade das amostras obtidas de processos produtivos na mineração é de suma importância para avaliar a qualidade e a eficácia dos mesmos. Considerando a amostragem para mineração de metais preciosos a precisão do processo fica ainda mais crítica. A criticidade advém da baixa concentração destes minerais, uma vez que metais básicos podem ser estimados por porcentagem, enquanto metais preciosos são estimados em partes por milhão (ppm) (CHIEREGATTI, 2007).

2.3.1 Amostragem de Ouro

A amostragem de ouro consiste em um processo delicado apresentando diversas dificuldades devido a particularidade do material. Chieregatti (2007) cita que as principais dificuldades encontradas são: (1) a variabilidade entre o conteúdo de uma subamostra analítica e a amostra inicial, a qual podem ser completamente diferentes; (2) o ouro possui alta densidade ($19,3\text{ g/cm}^3$), ocasionando forte segregação assim que as partículas de ouro são liberadas; (3) as partículas de ouro possuem dificuldade de cominuição algo que pode gerar obstrução nos amostradores.

Para determinar o melhor método de amostragem para o ouro, deve-se compreender a particularidade do material. Uma destas está relacionada aos depósitos de onde o ouro foi extraído, podendo ser classificado segundo Chieregatti (2007) como:

1. Depósitos aluvionares, ou de outro material no qual o ouro está completamente liberado.

2. Depósitos primários, onde o ouro ocorre em pequenos veios, ou de outro material no qual o ouro não está liberado. Nesta categoria encontramos a maioria dos depósitos não-aluvionares de ouro, tais como os depósitos em veios associados à rochas ígneas, os depósitos de sulfetos maciços, e muitos outros.
3. Associações de ouro com outros minerais.

2.3.2 Condições para Minimizar os Erros de Amostragem

Em seu estudo, Chierigatti (2007) cita seis formas que visam eliminar, ou controlar, os erros de amostragem de metais preciosos:

1. Os equipamentos de amostragem devem permitir que os erros de preparação IPE sejam os mínimos possíveis;
2. A delimitação do incremento deve seguir as boas práticas de amostragem de modo que o IDE = 0.
3. A extração do incremento deve também seguir as boas práticas de amostragem para que o valor de IEE seja igual a 0.
4. Para que o valor do erro de segregação e agrupamento seja o menor possível o número de incrementos deve ser suficiente. Segundo Chierigatti (2007, p.58), "deve-se enfatizar que a homogeneização do ouro liberado é impossível, e, portanto, a única maneira de minimizar GSE é minimizando o erro fundamental FSE e aumentando o número de incrementos por amostra".
5. Em amostragens de lotes unidimensionais, deve ser estabelecido um intervalo pequeno entre cada incremento para que, deste modo, o erro de variação de heterogeneidade de longo prazo HFE2 seja irrelevante.
6. Deve ser levado em consideração o erro de variação periódica de heterogeneidade HFE3 para escolher o método de seleção de amostras.

Assim, com as condições acima satisfeitas, o único erro resultante será o erro fundamental de amostragem FSE que resulta da heterogeneidade do material. Este erro nunca é zero, mas é possível, através da Teoria de Gy abordada na seção (2.2.3), minimizá-lo.

2.3.3 Protocolo de amostragem

O protocolo de amostragem apresenta todas as etapas de redução de amostra até chegar ao mínimo necessário para a análise química. Em cada etapa, ocorre redução de massa e/ou de diâmetro dos fragmentos. Estes valores são utilizados para calcular o desvio

padrão relativo ao Erro Fundamental de Amostragem (FSE) e ao erro de segregação e agrupamento (GSE), e assim analisar a melhor forma para otimizar o protocolo diminuindo estes erros. Segundo Bortoleto (2015, p.48), "o conhecimento sobre a heterogeneidade constitucional e distribucional nos permite desenvolver um protocolo de amostragem adequado para um dado constituinte de interesse".

A Figura 7 exemplifica o protocolo de amostragem, contendo as etapas envolvidas bem como os cálculos do desvio padrão relativo aos erros.

Estágio	massa do lote (g)	massa da amostra (g)	d_N (cm)	IH_L (g)	var rel (s_{FSE}^2)	desv rel ($s_{FSE\ rel}$)
1. Amostragem primária	15.000.000	15.000	5,00	2,72	0,000181	1,35%
2. Britagem	15.000	15.000	2,54	0,558	0,000000	0,00%
3. Quarteamento primário	15.000	1.650	2,54	0,558	0,000301	1,73%
4. Moagem	1.650	1.650	0,20	0,0015	0,000000	0,00%
5. Quartemaneto secundário	1.650	200	0,20	0,0015	0,000006	0,25%
6. Pulverização	200	200	0,0149	0,000003	0,000000	0,00%
7. Seleção de amostra analítica	200	5	0,0149	0,000003	0,000001	0,08%
TOTAL					0,000489	2,21%

Figura 6 – Exemplo de Protocolo de Amostragem

Fonte: (BORTOLETO, 2015)

2.3.4 Características dos amostradores

Os amostradores são os equipamentos que realizam o processo de amostragem, os quais têm por objetivo reduzir a massa de um lote sem perder suas propriedades. Assim, segundo Chierigatti (2007), o material pode ser amostrado através: da retirada de incrementos de um lote de modo que a amostra final seja a união dos incrementos (amostragem incremental); divisão de todo o lote em frações, a qual será selecionada uma para compor a amostra (amostragem por fracionamento). A figura 8 representa a diferença entre os dois processos.

Os amostradores são utilizados para realizar a amostragem incremental. Para exemplificar esse processo será abordado o funcionamento dos amostradores de fluxo contínuo. Vale ressaltar que o mau funcionamento dos mesmos leva à coleta de amostras enviesadas.

2.3.4.1 Amostradores de Fluxo Contínuos

A amostragem de fluxo contínuos é bastante utilizada em indústrias de beneficiamento de minério. Segundo Chierigatti (2007) há três formas de realizar esse tipo de amostragem:

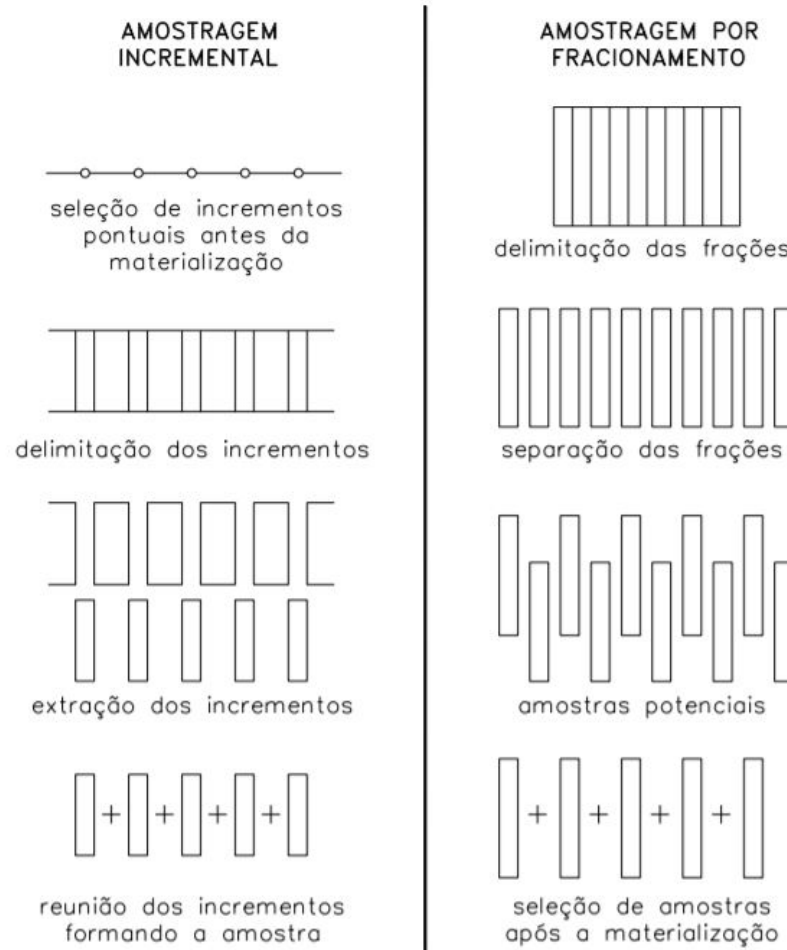


Figura 7 – Amostragem Incremental e por Fracionamento

Fonte: (BORTOLETO, 2015)

1. Coleta realizada em parte do fluxo, parte do tempo (ex.: amostragem pontual e manual em transportadores de correia);
2. Coleta realizada em parte do fluxo, o tempo todo (ex.: amostradores tubulares inseridos na tabulação de polpa);
3. Coleta realizada em todo o fluxo, parte do tempo (ex.: amostragem corta-fluxo).

As formas de realizar a amostragem através de fluxos contínuos estão apresentadas na Figura 9, sendo: (a) referente ao tipo (1) sempre incorreta; (b) referente ao tipo (2) sempre incorreta; (c) referente ao tipo (3) sendo 1,2,3 corretas e 4,5 incorretas (PITARD, 1993).

Todos os amostradores tipo corta fluxo podem fornecer a delimitação correta da amostra desde que sejam projetados corretamente. Assim torna possível a amostragem probabilística, com amostras iguais para todos os setores do fluxo.

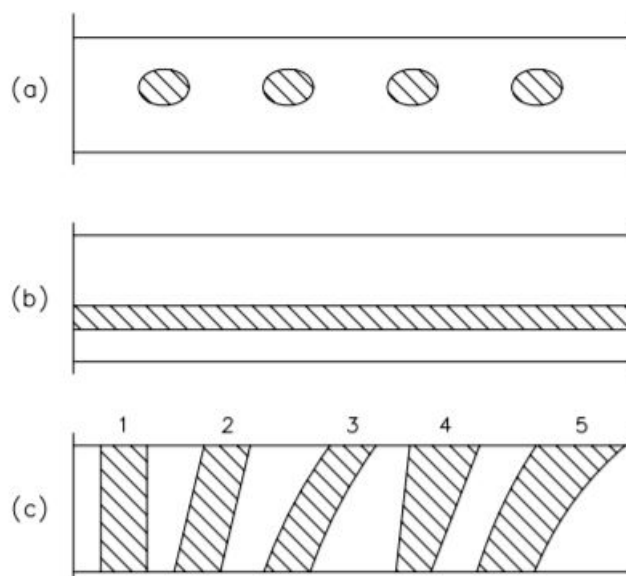


Figura 8 – Amostradores de Fluxo Contínuo

Fonte: (CHIEREGATTI, 2007)

2.3.5 Técnicas de redução de amostras

As reduções de amostras são utilizadas para tornar mais fácil seu transporte ou até mesmo para diminuir o custo de análise no laboratório. Existem várias formas para realizar a redução das amostras, como por exemplo: quarteador Jones, quarteamento por pilhas cônicas e método de divisão por pá. Esses processos são indicados para lotes cuja massa é pequena, de modo que seja possível manusear todo o material durante a etapa de redução.

Segundo Chieregatti (2007), o processo de redução não pode ser considerado um processo de amostragem. Sendo assim, o processo de amostragem por divisão acontece por dois estágios: o primeiro consiste no processo de divisão do lote e o segundo o processo de seleção das frações após a divisão.

2.3.5.1 Quarteador Jones

O Quarteador Jones é projetado para que não ocorra erros de delimitação, porém, vale ressaltar que uma má manutenção pode eliminar esta condição. O divisor é composto por calhas idênticas por onde o material será depositado, de modo que as calhas do lado direito direcionam o material para o recipiente do lado esquerdo, e as calhas do lado esquerdo direcionam o material para o recipiente do lado direito. Assim, o material é dividido em duas frações. A Figura 10 ilustra o processo de quarteamento em um divisor Jones.

Segundo Franca, Sampaio e Braga (2007), para a utilização do quarteador, o



Figura 9 – Quarteamento em um divisor Jones

Fonte: (FRANCA; SAMPAIO; BRAGA, 2007)

material deve estar homogeneizado e seco. Assim, através do auxílio de uma pá, o operador deve colocar a amostra a ser quarteada na posição central do Jones. Para que não ocorra obstrução das calhas, a inserção do material deve ocorrer de forma lenta e contínua.

2.3.5.2 Método de divisão por pá

O método de divisão por pá, segundo Chierigatti (2007, p.54), "podem gerar erros de delimitação, pelo fato de envolverem pás, conchas e espátulas. Entretanto, eles não geram uma diferença sistemática muito relevante entre as amostras potenciais". Como exemplos de divisores por pá tem-se: quarteamento por pilhas cônicas e fracionamento por pá.

2.3.5.2.1 Quarteamento por pilhas cônicas

O quarteamento por pilhas cônicas, apesar de não ser recomendado, foi muito utilizado no passado da mineração. Consiste nas etapas de: (1) formação da pilha cônica, (2) nivelamento da pilha, (3) quarteamento. A Figura 11 representa o processo.

2.3.5.2.2 Fracionamento por pá

Segundo Chierigatti (2007) se comparado aos outros métodos de redução de amostra é o mais simples e barato. O fracionamento consiste em extrair uma quantidade determinada de pazadas, as quais irão alimentar as pilhas de incrementos. O número de pilhas pode variar entre 10, 30, ou 50 dependendo da efetividade desejada. O processo deve satisfazer condições de delimitação como: as pazadas devem ter o mesmo tamanho; a pilha deve ser formada pelo mesmo número de pazadas; as pazadas devem ser alternadas, de modo que, alimentem todas as pilhas em sequência. A figura 12 ilustra o processo.

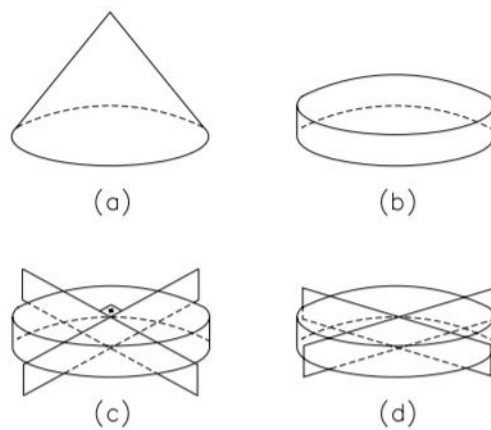


Figura 10 – Quarteamento por pilha cônica

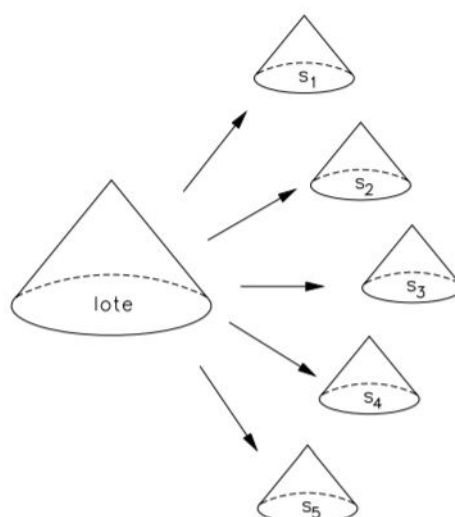


Figura 11 – Método de fracionamento por pá

3 Descrição das operações

3.1 A empresa

O presente estudo foi realizado em uma empresa multinacional do ramo da mineração que atua no Brasil desde o século XIX tendo como principal produto o ouro. Com sede em Joanesburgo, na África do Sul, possui 18 operações em 9 países. No Brasil está presente nos estados de Minas Gerais, nas cidades de Santa Bárbara, Nova Lima e Sabará; e em Goiás, na cidade de Crixás.

A atuação da mineradora compreende além da mineração de ouro outras três áreas de negócio: geração de energia através da hidrelétrica pertencente a empresa, gestão imobiliária e a produção de ácido sulfúrico resultante do processo de beneficiamento do ouro.

3.2 Planta de concentração de minério

O material a ser estudado, conforme abordado na Seção (1.2), tem origem na planta de concentração de minério, a qual antecede a etapa de beneficiamento. Este processo tem como objetivo reduzir o índice de rejeito enviado para a planta metalúrgica, e desta forma, diminuir os custos gastos com o beneficiamento. O processo ainda se trata de um projeto, ou seja, não foi inserido como etapa da produção, estando ainda em fase de teste. A Figura 13 ilustra as etapas de concentração do minério realizadas na planta em questão.

Inicialmente, o material vindo da mina passa pelo processo de britagem, sendo reduzido em três granulometrias: $-45+20\text{mm}$, $-20+10\text{mm}$ e menor que 10mm . A faixa mais fina (-10mm) não passa pelo processo de concentração e é encaminhada direto para a planta metalúrgica (Material Fino). As outras faixas passam pelo processo individualmente, ou seja, as granulometrias nunca podem ser misturadas. Assim, conforme representado na Figura 13, o material passa pela primeira etapa de concentração na Máquina XRT, sendo dividido entre produto (EP) e rejeito (AW). O Rejeito segue no processo passando pela Máquina Laser, gerando assim um novo produto (EPS) e o rejeito final (AWS). Os produtos são enviados para a planta metalúrgica para assim passar pelo processo de beneficiamento, e o rejeito é descartado.

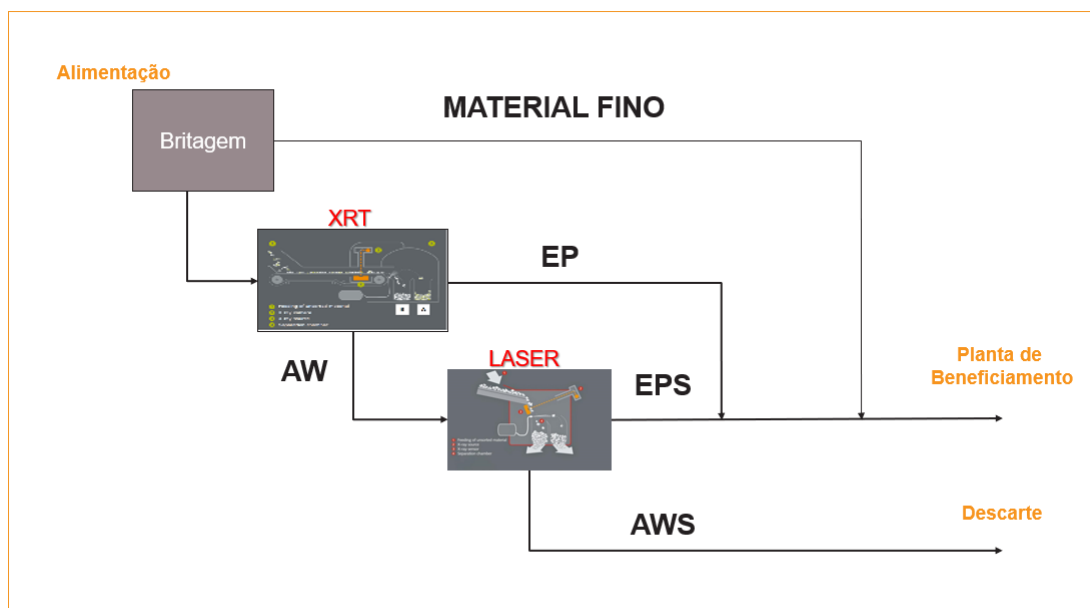


Figura 12 – Processo de concentração do minério

3.3 Protocolo de amostragem

3.3.1 Amostragem na planta de concentração

O material de interesse para o presente estudo se trata do produto EPS. Sua amostragem acontece através de um amostrador de fluxo contínuo, conforme explicado da Seção (2.3.4.1). A amostragem do material é programada para ser realizada a cada 30 minutos. Quanto à massa das amostras coletadas, são em média 5kg, enquanto o fluxo do material no processo gira em torno de 30Kg. As amostras coletadas são enviadas para o laboratório de análise química para cálculo de teor do minério de interesse.

3.3.2 Amostragem no laboratório químico

A amostra vinda do processo de pré concentração de minério passa inicialmente por duas etapas de quarteamento, a primeira reduz a massa de 5Kg para 3Kg, e a segunda de 3Kg para 300g. A próxima etapa corresponde a pulverização, a qual reduz o diâmetro dos fragmentos de 0,3 para 0,0074cm. E por fim o material passa pela última redução de massa, de 300 para 30g, e é encaminhado para o processo de análise de teor.

A Tabela 2 resume todo o protocolo de amostragem pelo qual o produto EPS é submetido.

O primeiro processo do protocolo corresponde a coleta do material feita dentro do processo na planta de concentração. Já a segunda e a terceira correspondem a etapas de redução de massa, realizadas pelo laboratório químico. O quarto processo, Pulverização, tem como objetivo reduzir o tamanho dos fragmentos da amostra. A última etapa reduz a

Processo	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	$d_N(cm)$
1. Amostragem Primária	30000	5000	0,3
2. Primeiro Quarteamento	5000	3000	0,3
3. Segundo Quarteamento	3000	300	0,3
4. Pulverização	300	300	0,0074
5. Análise	300	30	0,0074

Tabela 2 – Protocolo de Amostragem

Fonte: O autor (2019)

massa a condição ideal para realização da análise de ouro.

O diâmetro dos fragmentos é alterado de acordo com as etapas do protocolo de amostragem. Assim, o valor do diâmetro nominal, d_N , apresentado na Tabela 2 foi calculado de acordo com a Equação (3.1).

$$d_N = \sqrt[3]{\frac{d_1^3 + d_2^3}{2}} \quad (3.1)$$

em que d_N é o diâmetro nominal e d_1 e d_2 correspondem ao intervalo da faixa granulométrica (ex.: -45+20mm).

4 Metodologia

O método prático realizado no presente trabalho foi proposto por Pitard (1993) com o objetivo de quantificar a heterogeneidade do material em estudo. Denominado teste de heterogeneidade, o método fornece as informações necessárias para calcular o fator de Heterogeneidade Constitucional (IH_L), o qual é utilizado para encontrar o valor do Erro Fundamental de Amostragem (FSE), como exposto na Equação (2.23).

4.1 Teste de Heterogeneidade

O procedimento experimental proposto por Pitard (1993) é realizado através da coleta de uma massa inicial do material de interesse, que será peneirada em granulometrias conforme aquelas utilizadas nas etapas de coleta, britagem e pulverização, pertencentes ao protocolo de amostragem. O material peneirado será distribuído em uma superfície plana para a etapa de catação, a qual será realizada através da seleção aleatória de um número Q de fragmentos. Esta etapa é feita para cada granulometria separadamente. Assim, para que seja possível a coleta à mão, é necessário que o material seja classificado entre duas peneiras e represente uma faixa granulométrica estreita (VILLANOVA, 2018).

Segundo Pitard (2004) a etapa de catação deve seguir as boas práticas da Teoria de Amostragem proposta por Gy, a qual determina que os fragmentos sejam coletados um a um e que tenham chances iguais de serem selecionados. Desta forma, a coleta individual permite que haja uma seleção aleatória a qual segundo Bortoleto (2015, p.60) "previne o experimento contra os efeitos negativos da variância residual, principalmente associada ao erro de segregação no cálculo do fator Constante de Heterogeneidade Constitucional (IH_L)".

A coleta de fragmentos origina um número total de p amostras para cada granulometria. Assim, as amostras devem ser pesadas e enviadas para o laboratório químico para análise do teor de interesse, o qual, no caso do presente trabalho será o ouro. O valor da massa da amostra (M_q), teor da amostra (a_q), bem como o somatório da massa das amostras (M_Q) e o teor médio (a_Q) serão utilizados para realizar o cálculo da estimativa do Fator de Heterogeneidade Constitucional ($EstIH_L$).

A determinação da quantidade de fragmentos (Q) que compõe cada uma das amostras deve respeitar a seguinte relação:

$$n > 10Qp \quad (4.1)$$

Sendo assim, Pitard (2004) sugere que o número de fragmentos total por granulometria (n) seja 10 vezes maior que o produto entre o número de amostras coletadas (p) e

o número de fragmentos por amostra (Q).

Para chegar ao cálculo da estimativa do fator de Heterogeneidade Constitucional ($EstIH_L$), foi utilizado como base a Equação (2.13) através da substituição do valor da densidade λ_β do fator Y , pela relação M_q/v_q , chegando a $EstY$. Para tal substituição deve-se considerar que cada fragmento possui o mesmo critério de densidade (BORTOLETO, 2015).

$$EstY = \sum \frac{(a_q - a_Q)^2 M_q^2}{v_q a_Q^2 M_Q} \quad (4.2)$$

Como o fator X da equação Equação (2.13) corresponde ao produto dos fatores f , g , e d^3 podemos considerar o volume (v_q) como o produto entre f e d^3 . Assim obtemos:

$$EstIH_L = (ESTX)(ESTY) = (g \cdot v_q) \sum \frac{(a_q - a_Q)^2 M_q^2}{v_q a_Q^2 M_Q} \quad (4.3)$$

E suprimindo os volumes individuais v_q da equação acima, obtemos a equação final para o cálculo da $EstIH_L$ (BORTOLETO, 2015).

$$EstIH_L = g \sum \frac{(a_q - a_Q)^2 M_q^2}{a_Q^2 M_Q} \quad (4.4)$$

Uma vez que g representa o fator granulometria e seu valor é determinado conforme apresentado na Seção (2.2.1.1.2), M_q a massa da amostra, M_Q massa total do lote, a_q o teor da amostra, a_Q teor médio do lote, sendo este calculado através da Equação (4.5):

$$a_Q = \frac{1}{M_Q} \sum a_q M_q \quad (4.5)$$

Ao fim do experimento é realizado o cálculo da $EstIH_L$ para todas as frações granulométricas. Estes valores são correlacionados ao diâmetro nominal de cada fração, calculado através da Equação (3.1).

A correlação entre a $EstIH_L$ e o diâmetro nominal é feita através de um gráfico di-log, o qual fornece a calibração dos valores K e α . Estes valores são utilizados no cálculo do FSE conforme a Equação (2.25) para cada etapa do protocolo de amostragem do material de interesse.

A análise do protocolo de amostragem se baseia na quantificação e consequente avaliação do desvio padrão gerado por este protocolo. Como um protocolo de amostragem normalmente é composto por mais de uma etapa de cominuição e de quarteamento, deve-se calcular a variância gerada para cada uma destas etapas e somá-las para que se possa obter o valor da variância total, e assim, o desvio padrão total deste protocolo. (KOYAMA; CHIEREGATI; ESTON, 2010)

Pitard (1993) recomenda um desvio padrão do erro fundamental, S_{FE} , de:

- $S_{FE} \leq \mp 0.5\%$ para amostragens comerciais;

- $S_{FE} \leq \mp 5\%$ para amostragem técnica e controle de processos;
- $S_{FE} \leq \mp 16\%$ para amostragens exploratórias e ambientais.

Assim, o material em estudo se enquadra no terceiro tópico, amostragens exploratórias e ambientais. Logo, é necessário que o desvio padrão do FSE esteja abaixo de 16% para considerar o protocolo acertivo.

4.2 Procedimento experimental

Seguindo o protocolo do Teste de Heterogeneidade, inicialmente foi feita a coleta de 500 Kg do material de interesse. A granulometria inicial do material coletado pertence ao intervalo de $-45+20\text{mm}$, conforme explicado da Seção 3. Assim, após a coleta o material foi britado abaixo de 20mm com a utilização de um britador mandibula. Posteriormente a amostra foi peneirada e classificada em quatro frações granulométricas apresentadas na Tabela 3.

Grupo	Fração
A	$-4,75+3,35\text{mm}$
B	$-6,35+4,75\text{mm}$
C	$-12,5+6,35\text{mm}$
D	$-25,4+12,5\text{mm}$

Tabela 3 – Frações granulométrica utilizadas no teste

Fonte: Fonte: O autor (2019)

Após o peneiramento da amostra, o material pertencente ao grupo B,C,D e E foi fracionado com o auxílio do quarteador Jones, abordado na Seção (2.3.5.1). Assim, após o quarteamento foi escolhida uma fração por faixa granulométrica para ser direcionado à etapa de catação. Quanto ao material proveniente do grupo A, como sua massa total já era pequena, não houve necessidade de passar pela etapa de fracionamento. A imagem do quarteador Jones utilizado no processo esta representada na Figura 13.

Foram coletadas, para cada faixa granulométrica, 50 amostras. O cálculo referente ao número de fragmentos (Q) por amostra obedeceu a relação exposta na Equação (4.1). Logo, foi preciso calcular o número total de fragmentos por faixa granulométrica (n), para isto foi utilizada a proporção entre a massa total da fração e a média do peso de 10 fragmentos coletados aleatoriamente. Assim, bastou substituir o valor de n e p na equação para determinar o valor mínimo de fragmentos por amostra Q . Os valores encontrados estão apresentados na Tabela 4.

Para determinar a quantidade exata de fragmentos por fração foi utilizado como critério : (1) todas as amostras deveriam ter uma massa mínima de 30g; (2) o número de fragmentos deveria respeitar a limitação de espaço para realização do teste. O primeiro



Figura 13 – Quarteador Jones utilizado no teste

Fonte: O autor (2019)

Grupo	Fração	Massa Total (g)	Massa do fragmento (g)	n	p	Q
A	-4,75+3,35mm	9560	0,08	120297	50	378
B	-6,35+4,75mm	28870	0,28	101694	50	203
C	-12,5+6,35mm	84415	1,40	60385	50	121
D	-25,4+12,5mm	290050	7,90	36726	50	73

Tabela 4 – Quantidade de fragmentos por amostra.

Fonte: Fonte: O autor (2019)

se refere a massa mínima exigida pelo laboratório químico para realizar análise do teor. E o segundo, ao fato que, o número de quadrados pertencente às malhas de coleta deve ser igual ao número de fragmentos por amostra. A Tabela 5 apresenta o tamanho das Malhas (quadrados) em milímetro e o número de fragmentos por amostra para cada faixa granulométrica.

O processo de catação, realizado para cada faixa granulométrica, foi feito através da distribuição de toda a amostra entre as malhas, de modo que, cada uma das 50 amostras coletadas deveriam ser compostas por um fragmento de cada quadrado. Para garantir que todos os fragmentos tinham chances iguais de serem selecionados foi necessário distribuí-los de forma homogênea. A Figura 15 ilustra a mesa utilizada no processo representando a malha 100x100mm com os fragmentos da faixa -4,75+3,65mm distribuídos.



Figura 14 – Mesa utilizada no processo de catação

Fonte: O autor (2019)

Fração	Massa Total (g)	Malha (mm)	Nº de Fragmentos	Nº de amostras
-4,75 +3,35mm	9560	100X100	520	50
-6,35 +4,75mm	28870	100x100	300	50
-12,5 +6,35mm	84415	200x200	120	50
-25,5 +12mm	290050	200x200	75	50

Tabela 5 – Condições experimentais para o Teste de Heterogeneidade.

Fonte: O autor (2019)

Após a realização das coletas, as amostras foram pesadas e enviadas para o laboratório químico para a análise do teor. Os resultados obtidos com o teste foram utilizados para calcular a estimativa do Fator de Heterogeneidade Constitucional ($EstIH_L$), o qual foi utilizado para encontrar os valores de k e α que possibilitam a análise da variância do FSE . Os calculos serão apresentados na próxima seção.

5 Resultados e discussões

As amostras coletadas através do procedimento experimental foram analisadas para o minério de ouro. As faixas granulométricas pertencentes ao grupo C e D, por terem massas maiores, foram divididas em subamostras, para que desta forma fosse possível realizar a análise de todo o material, uma vez que, o laboratório consegue analisar apenas 30g por vez. Assim, o teor para estas amostras foi calculado através da média de teores das subamostras. A Tabela 6 apresenta os resultados estatísticos encontrados a partir da massa e dos teores das amostras (Apêndice 1).

Grupo	Fração	Massa Média	Teor Médio	Desv Pad.(s)	CV
A	-4,75+3,35 mm	29,71	3,34	2,029	60,7%
B	-6,35+4,75 mm	55,61	3,22	1,681	52,1%
C	-12,5+6,35 mm	158,96	4,79	4,694	98,1%
D	-25,4+12,5 mm	515,52	3,45	3,088	89,4%

Tabela 6 – Resultados estatísticos Teste de Heterogeneidade

Fonte: O autor (2019)

Assim, é possível identificar que as maiores faixas, grupo C e D, apresentam coeficientes de variação (CV) alto, sendo assim, possuem alta dispersão. Já o grupo A e B apresentam média dispersão. A Figura 15 representa a variação dos teores para cada faixa granulométrica.

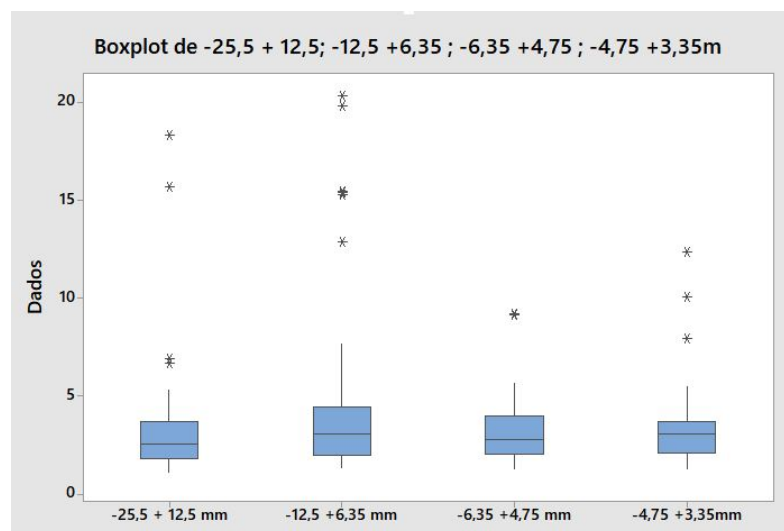


Figura 15 – Boxplot com os teores de cada granulometria

Fonte: O autor (2019)

Observa-se no boxplot apresentado na Figura 15 que algumas amostras, representadas pelos asteriscos (*), apresentam teores elevados se comparado ao restante do lote. Isto ocorre devido a concentração de ouro nestas amostras, algo que pode ser denominado de efeito pepita. Estas amostras, portanto, são grandes responsáveis pela variação entre os teores.

5.1 Cálculo do Fator Heterogeneidade Constitucional

A partir da massa e dos teores das amostras, foi possível calcular a $EstIH_L$ para cada faixa granulométrica, através da Equação (4.4), considerando o fator granulometria (g) igual a 0,55. Já o valor do diâmetro nominal foi obtido de acordo com a Equação (3.1). Os resultados encontrados, apresentados na Tabela 7, foram utilizados para realizar a correlação entre a $EstIH_L$ e d_N .

Grupo	$EstIH_L$	d_N (cm)
A	5,705	0,42
B	8,600	0,57
C	89,400	1,03
D	250,300	2,09

Tabela 7 – Valores de IH_L e d_N

Fonte: O autor (2019)

Através do gráfico di-log (Figura 16) foi obtida a correlação entre $EstIH_L$ e d_N . Os valores de $EstIH_L$ estão plotados no eixo das abscissas e o d_N no eixo das coordenadas. Assim, através da correlação, foi possível encontrar os valores de k e α obtendo uma forma prática para calcular o IH_L exposta na Equação (5.1).

$$Est.IH_L = 49,489d^{2,5087} \quad (5.1)$$

Desta forma, para calcular a variância do Erro Fundamental de amostragem basta substituir os valores encontrados de k e α na Equação (2.25) resultando na Equação (5.2).

$$S_{FSE}^2 = \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) \cdot 49,489d^{2,5087} \quad (5.2)$$

Assim, através do Teste de Heterogeneidade realizado, foi possível calibrar a equação de Gy de acordo com as características do material estudado. Basta aplicar a Equação (5.2) para cada etapa do protocolo de amostragem para obter o erro a ele associado.

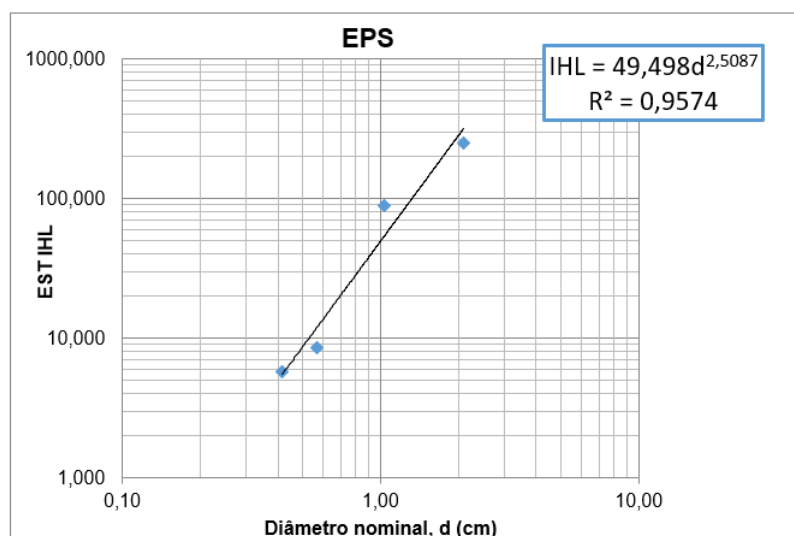


Figura 16 – Correlação entre IHL e d_N

Fonte: O autor (2019)

5.2 Análise do protocolo de amostragem

Os dados obtidos através do Teste de Heterogeneidade resultaram na Equação (5.2) a qual será utilizada para calcular o Erro Fundamental de amostragem (FSE) nas etapas do protocolo abordado na Tabela 2 na Seção 3.3.2.

Segundo Koyama, Chierigati e Eston (2010, p.06), "a análise de um protocolo de amostragem se baseia na quantificação e conseqüente avaliação do desvio padrão gerado por este protocolo". Portanto, através da soma das variâncias do FSE obtidas em cada etapa do protocolo é possível encontrar o desvio padrão a ele associado.

Em se tratando de amostragem do minério de ouro, Pitard (1993) recomenda o valor máximo de 16% para o desvio padrão do Erro Fundamental de Amostragem (s_{FSE}), conforme apresentado na Seção 4.1. Caso o erro esteja acima deste valor o protocolo não poderá ser considerado representativo, ou seja, será necessário modificá-lo para que se enquadre no padrão aceitável.

Assim, para realizar o cálculo da variância e do desvio padrão do FSE, os valores de massa inicial (M_L), massa final (M_S) e diâmetro nominal (d), foram substituídos na Equação (5.2). Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 8.

O valor do desvio padrão do Erro Fundamental de Amostragem em todas as etapas do protocolo foi inferior a 16%, apresentando um valor total de 8,93%. A etapa mais crítica do processo foi o Segundo Quarteamento apresentando um erro de 8,51%, o qual ainda se encontra bem inferior ao limite aceitável.

Logo, o protocolo de amostragem utilizado para realizar coletas do produto EPS, se encontra dentro dos padrões estabelecidos para o Erro Fundamental de Amostragem.

Etapas do Protocolo de Amostragem	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	$d_N(cm)$	$IHL(g)$	s_{FSE}^2	$s_{(FSE)}$
1. Amostragem Primária	30000	5000	0,3	2,4146	0,000402	2,01%
2. Primeiro Quarteamento	5000	3000	0,3	2,4146	0,000322	1,79%
3. Segundo Quarteamento	3000	300	0,3	2,4146	0,007968	8,51%
4. Pulverização	300	300	0,0074	0,0002	0,000000	0,00%
5. Análise	300	30	0,0074	0,0002	0,000007	0,26%
TOTAL					0,007675	8,93%

Tabela 8 – Análise do Erro Fundamental presente no protocolo de amostragem

Fonte: O autor (2019)

As amostras, portanto, não estão enviesadas, e conseguem reproduzir as características do processo.

6 Conclusão e Trabalhos Futuros

O Teste de Heterogeneidade, segundo Bortoleto (2015), é o único protocolo que consegue isolar o Erro Fundamental de Amostragem (FSE), correspondendo, portanto, ao método mais assertivo para obter a heterogeneidade constitucional do material de interesse (IHL).

O resultado obtido através do teste foi utilizado para calcular o desvio padrão do FSE, com o objetivo de analisar se seu valor se enquadra dentro dos padrões aceitáveis proposto por Pitard (1993). A motivação para realização do estudo partiu da variação existente entre os teores das amostras do produto EPS, obtido em um processo de concentração de minério que antecede a etapa de beneficiamento. Deste modo, foi levantada a hipótese que a variância entre as amostras poderia estar vinculada ao erro no processo de amostragem do material.

O presente trabalho apontou que, o protocolo de amostragem utilizado no processo consegue transmitir a heterogeneidade do material para as amostras, ou seja, é representativo. Todas as etapas do protocolo apresentaram valores bem abaixo do limite aceitável de 16%.

Portanto, a variação nos teores das amostras de EPS pode estar vinculada a própria identidade mineralógica do material. O minério de ouro produz um efeito denominado efeito pepita, o qual eleva significativamente o teor de uma amostra. Assim, recomenda-se realizar a análise da mineralogia do material com o objetivo de gerar previsões a respeito da sua variação no processo.

Outro fator que pode ter causado a variação nos teores seria o próprio processo da planta de concentração do minério. As máquinas são calibradas de acordo com as tipologias do material vindo da mina, quando estas sofrem grande variação o processo perde a eficiência na separação de minério e estéril. Tal fato permite que fragmentos de baixo teor sejam considerados produtos, no caso EPS, algo que ocasiona variação no teor quando amostrados já que estarão misturados fragmentos de baixo e de alto teor. Sendo assim, recomenda-se que seja realizado um estudo aprofundado sobre a variação das tipologias relacionando-as a efetividade na concentração do minério.

Os resultados mostraram, que o processo de amostragem não está associado às possíveis causas envolvidas na variação do teor entre as amostras do material EPS. As outras hipóteses apresentadas como: efeito pepita, variação de tipologia e eficiência na concentração do minério no processo, ficam de sugestão para serem trabalhadas em estudos futuros.

Referências

- BORTOLETO, D. A. Avaliação da heterogeneidade da bauxita de juruti (pa) visando à otimização de protocolos de amostragem. São Paulo, p. 102, 2015. 5, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 19, 20, 22, 23, 30, 31, 40
- CARRASCO, P.; CARRASCO, P.; JARRA, E. *The economic impact of correct sampling and analysis practices in the copper mining industry*. [S.l.: s.n.], 2004. v. 74. 1
- CHIEREGATI, A. C. Avaliação dos equipamentos e protocolos de amostragem da planta ore sorting. Santa Barbara, Brasil, p. 26, 2019. 4
- CHIEREGATTI, A. C. Reconciliação pro-ativa em empreendimentos mineiros. São Paulo, p. 203, 2007. 1, 2, 5, 8, 9, 12, 14, 15, 18, 20, 21, 22, 24, 25
- FERREIRA, F. Amostragem. São Paulo, p. 102, 1989. 1
- FRANCA, S. C. A.; SAMPAIO, J. A.; BRAGA, P. F. A. *Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais*. [S.l.]: Centro de Tecnologia Mineral Ministério da Ciência e Tecnologia, 2007. 570 p. 24, 25
- FRANÇOIS-BONGARÇON, D.; GY, P. *The most common error in applying 'Gy's Formula' in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor*. [S.l.]: The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, 2002. 475-480 p. 13
- FRANÇOIS-BONGARÇON, D. *The Practice of the Sampling of Broken Ores*. [S.l.]: CIM Bulletin, 1993. v. 86. 75-81 p. 18
- GY, P. *Sampling for analytical purposes*. [S.l.: s.n.], 1998. v. 1. 2, 18
- GY, P. *Chemometrics and intelligent laboratory systems*. [S.l.]: Canne, 2004. v. 2. 1, 2, 14, 16, 17
- HAIJ, T. M. E. Reconciliação ilusória: compensação de erros por amostragem manual. São Paulo, p. 150, 2013. 1
- KOYAMA, I.; CHIEREGATI, A. C.; ESTON, S. M. *Teste DE Heterogeneidade como método de otimização de protocolos de amostragem*. [S.l.], 2010. 9, 10, 31, 38
- LUZ, A. B. da; SAMPAIO, J. A.; ALMEIDA, S. L. M. de. *Tratamento de Minérios*. [S.l.]: Centro de Tecnologia Mineral Ministério da Ciência e Tecnologia, 2004. v. 4. 867 p. 8, 13
- LUZ, A. B. da; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. *Tratamento de Minérios*. [S.l.]: Centro de Tecnologia Mineral Ministério da Ciência e Tecnologia, 2010. v. 5. 965 p. 17
- PIANA, C. F. d. B.; MACHADO, A. d. A.; SELAU, L. P. R. *Estatística Básica*. [S.l.]: Universidade Federal de Pelotas, Instituto de Física e Matemática Departamento de Matemática e Estatística, 2009. 5, 6, 7
- PITARD, F. *Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control*. [S.l.: s.n.], 1993. v. 2. 10, 11, 18, 23, 30, 38, 40

- PITARD, F. *Effects of residual variances on the estimation of variance of the fundamental error*. [S.l.]: Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2004. v. 74. 149-164 p. 2, 19, 30
- PITARD, F.; FRANÇOIS-BONGARÇON, D. *Demystifying the Fundamental Sampling Error and Grouping and Segregation Error for practitioners*. [S.l.]: Proceedings Sixth World Conference on Sampling and Blending, 2011. 39-55 p. 10
- RIBEIRO, T. C. d. S. d. C. *Probabilidade e estatística*. [S.l.]: Educacional S.A., 2015. v. 5. 236 p. 5, 7, 8
- ROCHA, P. H.; ULIANA, A. Teste de heterogeneidade em amostras de minério de ferro da samarco mineração s/a. *XVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*, Poços de Caldas, Brasil, p. 9, 2015. 9, 10
- VILLANOVA, F. L. dos Santos Peixoto de. Estudo do erro fundamental de amostragem: uma comparação entre o teste de heterogeneidade e o teste da árvore no quartzo fumê na mina lamego (sabará,mg). São Paulo, p. 80, 2018. 13, 15, 16, 17, 18, 30

APÊNDICE

Fração	-4,75 +3,35mm			-6,35 +4,75 mm			-12,5 +6,35 mm			-25,5 + 12,5 mm		
Amostra	Nº da amostra	Massa (g)	Teor de interesse (g/t)	Nº da amostra	Massa (g)	Teor de interesse (g/t)	Nº da amostra	Massa (g)	Teor de interesse (g/t)	Nº da amostra	Massa (g)	Teor de interesse (g/t)
1	34290	32,7	3,71	34342	64,86	5,02	34392	217,77	15,47	34442	736	2,91
2	34291	31,2	3,90	34343	57,75	4,91	34393	201,56	20,32	34443	644	6,66
3	34292	30,1	3,15	34344	55,06	3,38	34394	184,5	3,27	34444	674	2,26
4	34293	30,4	5,50	34345	58,9	9,18	34395	189,14	2,97	34445	588	1,77
5	34294	30,3	4,05	34346	61,1	9,13	34396	186,89	2,61	34446	648	15,67
6	34295	29,8	3,64	34347	63,37	5,65	34397	179,59	4,83	34447	690	4,24
7	34296	30,7	4,30	34348	63,48	2,16	34398	204,61	4,44	34448	566	2,85
8	34297	31,0	1,30	34349	62,1	3,19	34399	199,17	3,10	34449	552	5,34
9	34298	29,5	1,86	34350	67,46	3,05	34400	186	3,47	34450	546	2,47
10	34299	31,0	2,88	34351	68,97	3,56	34401	245,31	2,52	34451	482	3,14
11	34300	30,0	2,59	34352	57,07	1,72	34402	178,57	2,43	34452	462	2,59
12	34301	29,9	2,23	34353	59,14	3,48	34403	173,26	1,71	34453	426	1,82
13	34302	31,4	2,96	34354	58,82	1,53	34404	169,04	3,00	34454	608	1,92
14	34303	30,6	1,89	34355	58,14	4,58	34405	193,36	2,92	34455	486	1,68
15	34304	30,2	1,41	34356	57,1	3,26	34406	189,65	2,74	34456	450	3,56
16	34305	30,6	3,26	34357	59,71	2,49	34407	187,03	7,46	34457	538	3,78
17	34306	30,9	3,66	34358	60,82	3,21	34408	177,04	7,65	34458	440	2,26
18	34307	30,2	4,90	34359	61,66	2,07	34409	200,47	1,76	34459	762	4,85
19	34308	30,0	1,76	34360	60,1	1,99	34410	159,76	2,00	34460	800	2,57
20	34309	33,2	3,39	34361	56,09	2,52	34411	178,16	2,98	34461	704	4,12
21	34310	29,5	1,81	34362	57,51	1,29	34412	137,64	1,92	34462	498	2,20
22	34311	27,9	3,58	34363	56,8	2,46	34413	149,88	19,81	34463	440	3,57
23	34314	30,2	2,00	34364	52,09	5,16	34414	142,22	15,30	34464	536	18,29
24	34315	28,9	3,46	34365	56,04	3,94	34415	132,88	4,42	34465	378	2,32
25	34316	29,2	3,76	34366	57,7	3,2	34416	145,88	3,42	34466	452	4,12
26	34317	30,1	1,46	34367	56,85	1,56	34417	129,93	4,23	34467	444	1,52
27	34318	30,0	2,14	34368	53,17	3,27	34418	136,76	1,68	34468	444	4,84
28	34319	31,0	3,09	34369	53,44	2,31	34419	138,52	1,88	34469	426	1,33
29	34320	30,0	7,91	34370	55,04	2,33	34420	141,57	3,77	34470	494	1,11
30	34321	32,9	1,46	34371	50,28	2,39	34421	155,82	2,00	34471	444	2,08
31	34322	29,2	10,03	34372	51,28	2,11	34422	141,82	4,77	34472	572	2,44
32	34323	28,4	3,05	34373	49,83	2,59	34423	160,94	3,28	34473	608	1,77
33	34324	27,3	3,69	34374	50,04	2,17	34424	121,31	1,88	34474	648	1,57
34	34325	28,7	2,46	34375	52,4	4,97	34425	138,37	2,37	34475	490	1,32
35	34326	27,8	1,50	34376	47,24	4,58	34426	107,15	15,42	34476	564	3,56
36	34327	28,3	3,92	34377	51,28	1,98	34427	126,55	1,79	34477	504	2,86
37	34328	29,3	2,13	34378	54,55	4,29	34428	142,55	3,81	34478	572	3,32
38	34329	29,1	2,15	34379	52,56	1,84	34429	155,18	2,13	34479	534	3,17
39	34330	30,0	2,08	34380	56,67	2,45	34430	144,89	4,57	34480	484	1,51
40	34331	28,2	3,77	34381	53,2	3,55	34431	150,31	1,37	34481	496	4,37
41	34332	29,4	4,58	34382	55,78	1,31	34432	140,2	3,92	34482	404	3,72
42	34333	27,2	2,23	34383	52,47	1,97	34433	147,61	2,72	34483	414	3,26
43	34334	30,0	2,93	34384	48,58	1,34	34434	152,73	12,87	34484	382	2,27
44	34335	28,2	3,23	34385	50,54	4,24	34435	146,71	3,13	34485	424	6,90
45	34336	28,8	2,25	34386	50,58	3,46	34436	116,78	1,93	34486	458	2,45
46	34337	28,5	2,00	34387	49,12	3,2	34437	120,56	3,42	34487	376	1,85

47	34338	28,2	12,37	34388	50,37	1,94	34438	121,83	6,96	34488	344	1,98
48	34339	29,1	3,50	34389	47,25	2,15	34439	110,79	1,47	34489	374	1,54
49	34340	27,9	2,92	34390	48,58	5,05	34440	134,54	1,42	34490	380	1,74
50	34341	28,4	3,20	34391	47,43	2,06	34441	155,25	4,09	34491	390	3,20