

LUIS HENRIQUE BENANTE GROENITZ

**ANÁLISE COMPARATIVA DE TRÊS MÉTODOS PARA A ESTIMATIVA DOS
PARÂMETROS QUE DEFINEM A HETEROGENEIDADE INTRÍNSECA DE UM
MINÉRIO DE ZINCO**

São Paulo

2019

LUIS HENRIQUE BENANTE GROENITZ

**ANÁLISE COMPARATIVA DE TRÊS MÉTODOS PARA A ESTIMATIVA DOS
PARÂMETROS QUE DEFINEM A HETEROGENEIDADE INTRÍNSECA DE UM
MINÉRIO DE ZINCO**

Trabalho de Formatura em Engenharia de Minas
do curso de graduação do Departamento de
Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo.

Orientadora: Prof^a Dr^a. Ana Carolina Chieregati

São Paulo
2019

2991806

TF. 2019
6892a

H2019i



Escola Politécnica - EPMI



31700002874

Catalogação-na-publicação

Groenitz, Luis Henrique Benante

ANÁLISE COMPARATIVA DE TRÊS MÉTODOS PARA A ESTIMATIVA
DOS PARÂMETROS QUE DEFINEM A HETEROGENEIDADE INTRÍNSECA
DE UM MINÉRIO DE ZINCO / L. H. B. Groenitz -- São Paulo, 2019.

36 p.

Trabalho de Formatura - Escola Politécnica da Universidade de São
Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo.

1.Amostragem 2.Heterogeneidade 3.Zinco I.Universidade de São Paulo.
Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo II.t.

8140860

À minha família, por todo apoio e incentivo.

AGRADECIMENTOS

À minha família, por estar sempre ao meu lado, proporcionando todo o amparo educacional, afetivo e emocional. Vocês são meu maior exemplo.

À minha orientadora Profª. Drª. Ana Carolina Chieregati, por compartilhar seu conhecimento e me guiar na conclusão do trabalho.

À minha inspiração Mirella Campos, por estar do meu lado nos melhores e piores dias.

Aos meus companheiros de time, Politécnica Rats, por todas as risadas, ensinamentos, viagens e títulos. Sem vocês jamais chegaria até aqui.

Aos meus amigos de sempre e para sempre, Antônio, Caio, Giovanni e Igor.

À Gabriela Cardoso, por todos os dias de ensaio no laboratório e todo amparo na finalização do trabalho.

Por último, mas não menos importante, a todos os professores que me guiaram nesta trajetória, à vocês deixo a seguinte frase:

“Não conheço missão maior e mais nobre que a de dirigir as inteligências jovens e preparar os homens do futuro.”

Dom Pedro II

Espero um dia poder chegar ao mesmo patamar de conhecimento de todos vocês.

RESUMO

Amostragem é uma sequência de ações que visa à redução do volume de um lote de material sem, no entanto, alterar suas características fundamentais. Seu grau de complexidade é mensurado de acordo com a homogeneidade do material, de forma que quanto mais heterogêneo o substrato analisado, maior a complexidade da amostragem. Embora se trate de processo de elevado grau de eficácia, ele está suscetível a erros na amostra. Para que tais erros sejam minimizados, é necessário que os procedimentos amostrais sejam feitos de maneira adequada. Desta maneira, tem-se que, conforme a teoria da amostragem (*Theory of Sampling* ou TOS) desenvolvida por Pierre Gy existe um erro que não pode ser eliminado totalmente: o erro fundamental de amostragem. A definição da variância deste erro fundamental é dada através de uma equação com parâmetros empíricos. O presente estudo fez um comparativo entre os parâmetros definidos na fórmula original de Gy e parâmetros calculados através de resultados de ensaios de Teste de Heterogeneidade e *Duplicate Samples Analysis* (DSA) para minério de zinco proveniente de uma mina em Minas Gerais. O resultado obtido foram três equações com parâmetros distintos, mas que se mostram equivalentes para o cálculo do erro fundamental de amostragem, como mostrado pelo coeficiente de Pearson.

Palavras-Chave: Amostragem, Heterogeneidade, Zinco.

ABSTRACT

Sampling is a sequence of actions aimed at reducing the volume of a batch of material without, however, changing its fundamental characteristics. Its degree of complexity is measured according to the homogeneity of the material, so that the more heterogeneous the substrate analyzed is, the greater the complexity of sampling. Although it is a highly effective process, it is susceptible to errors in the sample. In order to minimize such errors, it is necessary that the sampling procedures are properly performed. Thus, according to the sampling theory (Theory of Sampling or TOS) developed by Pierre Gy, there is an error that cannot be completely eliminated: the fundamental sampling error. The definition of the variance of this fundamental error is given through an equation with empirical parameters. This study intends to make a comparison between the parameters defined in the original Gy formula and parameters calculated through the results of Heterogeneity Test and Duplicate Samples Analysis (DSA) tests for zinc ore from a mine in Minas Gerais. The result was three equations with different parameters, but which are equivalent for the calculation of the fundamental sampling error, as shown by the Pearson coefficient.

Keywords: Sampling, Heterogeneity, Zinc.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Precisão x Acurácia	14
Figura 2 – Fluxograma de Erros.....	21
Figura 3 - Malhas de Peneiramento Utilizadas.....	23
Figura 4 - Teste de Heterogeneidade – Malha 100 mm	25
Figura 5 - Etapas do DSA.....	26
Figura 6 - IHL x diâmetro nominal - TH	28
Figura 7 - IHL x diâmetro nominal - DSA.....	29
Figura 8 - Tabela de Variâncias	31

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tamanho das malhas por faixa granulométrica	24
Tabela 2 - IHL em função do diâmetro nominal - TH.....	28
Tabela 3 - IHL em função do diâmetro nominal - DSA.....	29
Tabela 4 - Comparativo GY x TH x DSA	30
Tabela 5 - Comparativo de massas mínimas	32

Sumário

1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVO	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	12
3.1. Conceitos Estatísticos	12
3.1.1. Medidas de Posição.....	12
3.1.2. Média (Aritmética)	12
3.1.3. Mediana	12
3.1.4. Moda	13
3.2. Medidas de Dispersão.....	13
3.2.1. Variância	13
3.2.2. Desvio Padrão.....	13
3.3. Precisão e Acurácia.....	14
3.4. Heterogeneidade e Amostragem.....	15
3.4.1. Teoria da Amostragem.....	15
3.5. Elementos Constituintes e Unidades.....	15
3.6. Conceito de Homogeneidade e Heterogeneidade.....	16
3.7. Heterogeneidade Constitucional (CH _L).....	16
3.8. Heterogeneidade Distribucional (DH _L).....	17
3.9. Tipos de Erros de Amostragem	17
3.9.1. O Erro Fundamental de Amostragem (FSE)	17
3.9.2. O Erro de Segregação e Agrupamento (GSE)	19
3.9.3. O Erro de Flutuação de Heterogeneidade (HFE)	19
3.9.4. O Erro de Materialização do Incremento (IME)	20
3.9.5. O Erro Total de Amostragem (TSE)	20
3.9.6. O Erro Analítico (AE).....	20
3.9.7. O Erro Global de Estimativa (OEE).....	20

3.10.	Fator Constante de Heterogeneidade Constitucional (IH_L)	21
3.11.	Fórmula de Gy Calibrada	22
4.	METODOLOGIA	23
4.1.	Faixas Granulométricas.....	23
4.2.	Teste de Heterogeneidade (TH).....	24
4.3.	<i>Duplicate Samples Analysis</i> (DSA).....	25
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	27
5.1.	Fórmula de Gy Não-Calibrada.....	27
5.2.	Fórmula de Gy Calibrada	28
5.2.1.	Teste de Heterogeneidade (TH).....	28
5.2.2.	DSA.....	29
5.3.	Comparação entre os fatores de Gy, o TH e o DSA.....	30
5.4.	Cálculo de Massa Mínima da Alimentação da Usina.....	30
5.4.1.	Massa Mínima – Fórmula não calibrada	31
5.4.2.	Massa Mínima – Fórmula Calibrada - TH.....	32
5.4.3.	Massa Mínima – Fórmula Calibrada - DSA.....	32
5.4.4.	Comparação entre massa mínima de Gy, o TH e o DSA.....	32
6.	CONCLUSÕES	33
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34
	APÊNDICE A – DADOS EXPERIMENTAIS TESTE DE HETEROGENEIDADE.....	35
	APÊNDICE B – DADOS EXPERIMENTAIS DSA.....	36

1. INTRODUÇÃO

A amostragem é uma operação importante em todas as etapas de um empreendimento mineiro, desde a fase de pesquisa mineral até a fase de operação e venda do produto final. Define-se amostragem uma sequência de operações que tem como objetivo a redução da massa de uma população, sem inserir mudanças significativas em suas demais propriedades, até uma massa menor, porém representativa, chamada amostra.

O principal desafio da amostragem é garantir que os procedimentos e os protocolos de amostragem sejam acurados e precisos para que as amostras selecionadas por esses métodos sejam corretas e produzam uma boa estimativa da população que se quer conhecer.

A teoria da amostragem foi proposta por Pierre Gy, engenheiro químico francês, e tem como objetivo o controle e a garantia de qualidade dos processos de amostragem, visando a resultados representativos. Segundo ele, caso sejam respeitadas as condições estabelecidas pela teoria, o único e principal erro remanescente em qualquer processo de amostragem é o erro fundamental de amostragem, relacionado à heterogeneidade constitucional do minério.

2. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é comparar três métodos diferentes de calibração das constantes K e α da fórmula de Gy para o cálculo da variância do erro fundamental de amostragem: (1) usando os fatores definidos por Gy; (2) realizando o teste de heterogeneidade proposto por Gy; e (3) realizando uma variação do teste DSA (*Duplicate Samples Analysis*) proposto por François-Bongarçon em 1993.

A partir dos valores encontrados é realizado o cálculo de massa mínima de amostra para cada método.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Conceitos Estatísticos

O estudo estatístico tem diversas finalidades, incluindo inúmeras funcionalidades em se tratando de pesquisa. Dentre seus principais escopos estão: (i) a organização; (ii) a descrição; e (iii) a interpretação de dados experimentais. Para a execução de tais tarefas, são utilizadas diferentes medidas, tais como posição, dispersão, assimetria e curtose. Recebe maior destaque as medidas de posição e dispersão, por serem mais representativas, razão pela qual serão elas os pontos focais ao longo desta pesquisa (COSTA NETO, 2002).

3.1.1. Medidas de Posição

As medidas de posição mostram a distribuição de frequências sobre o eixo de variação da variável em questão. As medidas de dispersão existentes são a média, a mediana e a moda (COSTA NETO, 2002).

3.1.2. Média (Aritmética)

A média é a medida usada para caracterizar o centro da distribuição. Sendo x_i ($i = 1, 2, 3, \dots, n$) o conjunto de dados (COSTA NETO, 2002). Definimos sua média como:

Equação 1 - Média Aritmética

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

3.1.3. Mediana

A mediana, assim como a média, também é usada para caracterizar o centro da distribuição, porém de uma maneira diferente (COSTA NETO, 2002).

Definimos a mediana de um conjunto de n valores, com n ímpar, como igual ao valor de ordem $\frac{(n+1)}{2}$ desse conjunto. Caso n seja par, definimos a mediana como o valor médio entre $\frac{n}{2}$ e $\frac{n+1}{2}$. (COSTA NETO, 2002)

3.1.4. Moda

Definimos moda como o valor, ou valores, de máxima frequência em um conjunto de dados (COSTA NETO, 2002).

3.2. Medidas de Dispersão

As medidas de dispersão são um complemento às medidas de posição. Indica o quanto os dados se apresentam dispersos em torno de uma região central, caracterizando, portanto, o grau de variação em um conjunto de valores. (COSTA NETO, 2002)

3.2.1. Variância

A variância é definida como o desvio quadrático médio, ou a média dos quadrados das diferenças dos valores em relação à sua própria média (COSTA NETO, 2002). Podemos calculá-la de tal modo.

Equação 2 - Variância

$$s^2(x) = \sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

3.2.2. Desvio Padrão

O desvio padrão é a raiz quadrada da variância correspondente, de modo a ser uma medida de dispersão que seja um número não negativo e que use a mesma unidade de medida dos dados fornecidos.

$$s = \sqrt{s^2}$$

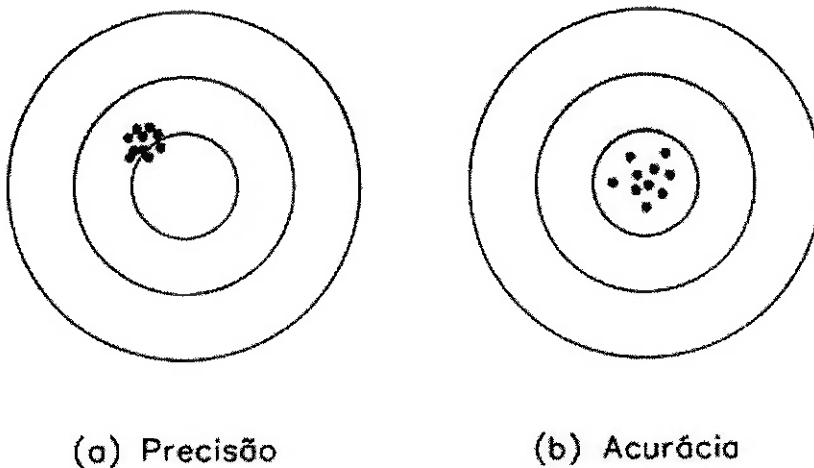
3.3. Precisão e Acurácia

Os conceitos de precisão e acurácia costumam ser confundidos. Um processo de amostragem preciso possui os erros pouco dispersos ao redor de sua média, enquanto um processo de amostragem acurado possui a média dos erros próxima a zero (CHAVES, 2012).

A precisão se refere à variabilidade dos valores das amostras ao redor de sua média e pode ser expressa como a variância do erro de amostragem, ou “*sampling error*”, (s^2_{SE}). Quanto menor a variância, menor a dispersão e maior a precisão do método de amostragem (CHAVES, 2012).

A acurácia, por outro lado, refere-se ao erro de amostragem cuja média é próxima a zero, ou seja, m_{SE} deve ser o mais próximo possível de zero. A Figura 1 ilustra a diferença entre os conceitos de precisão e acurácia, considerando o centro dos alvos como o valor real, e desconhecido, da população e os pontos como os valores das amostras selecionadas para estimar o valor real (CHAVES, 2012).

Figura 1 - Precisão x Acurácia



Fonte: Chieregati, 2007

Um processo de amostragem pode ser considerado representativo quando o valor quadrático médio do erro de amostragem (r^2_{SE}), definido como a soma do quadrado

da média do erro de amostragem m_{SE}^2 com a variância do erro da amostragem s_{SE}^2 , é menor que um dado valor padrão de representatividade considerado aceitável (r_{SE0}^2) (CHAVES, 2012).

Equação 3 - Erro Quadrático Médio

$$r_{FE}^2 = m_{FE}^2 + s_{FE}^2 \leq r_{SE0}^2$$

3.4. Heterogeneidade e Amostragem

3.4.1. Teoria da Amostragem

O processo de amostragem consiste em retirar uma alíquota que represente o todo que se deseja caracterizar. Devido à sua importância, é imprescindível defini-la corretamente (GY, 1998).

Segundo Gy (1998), “a amostragem, no sentido estrito, é uma simples redução de massa”, logo, pode ser interpretada como uma sequência de ações que têm como objetivo reduzir a massa de um lote, mantendo sua composição o mais íntegra possível em relação à original. O principal problema relacionado a essa redução de massa é a perda de integridade da amostra, causada por diversos erros que são induzíveis na prática.

De acordo com a teoria de amostragem de Gy, se houver um controle dos componentes que induzem a esses erros no processo amostral, o único erro remanescente será o erro fundamental da amostragem, relativo à heterogeneidade constitucional do material amostrado.

3.5. Elementos Constituintes e Unidades

Segundo Gy (1998), elementos constituintes são a menor parte que pode ser considerada imutável, física, química e mecanicamente. Assumindo temperatura constante, eles são:

- Para partículas sólidas: fragmentos;
- Para partículas líquidas e gases: moléculas e íons.

Um lote será considerado um conjunto de unidades e o estudo da heterogeneidade tratará das seguintes unidades:

- Elementos constituintes exclusivos são chamados de fragmentos F_i ;
- Grupos de elementos constituintes vizinhos são chamados de incrementos I_n .

3.6. Conceito de Homogeneidade e Heterogeneidade

Um lote é definido como homogêneo quando todas as suas unidades são estritamente idênticas, tanto em forma, quanto em tamanho e teor. No entanto, o conceito de homogeneidade é um conceito puramente matemático e abstrato, inexistente na vida real. É exemplo disso aquele descrito por Chieregati (2007, p.24): “se observarmos uma pilha de areia a certa distância, podemos dizer que ela é homogênea; porém, ao nos aproximarmos dela e a observarmos com uma lupa, perceberemos que a homogeneidade não mais existe. A realidade é que há uma grande heterogeneidade quando se examina cada grão individualmente: diferentes tamanhos, cores, composições, formas, densidades, durezas, etc.”. Sendo assim, um conjunto de unidades heterogêneo é composto por unidades que não são estritamente idênticas entre si.

No caso da amostragem, devemos admitir que iremos lidar somente com conjuntos de unidades heterogêneas, onde haverá dois tipos de heterogeneidade, definidas por Gy como constitucional e distribucional.

3.7. Heterogeneidade Constitucional (CH_L)

A heterogeneidade constitucional é relacionada com as propriedades fundamentais e de constituição inerentes a cada fragmento que faz parte de um lote. Tomando como exemplo um lote homogêneo, o mesmo teria heterogeneidade constitucional zero, visto que todas as suas partículas são idênticas, como explicado anteriormente. Assim sendo, a heterogeneidade constitucional é uma propriedade inerente ao lote, que não pode variar, a não ser que seja feita outra etapa de cominuição (PITARD, 1993).

A seguir temos a equação para o cálculo da heterogeneidade constitucional (CH_L):

Equação 4 - Cálculo CH_L

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

Onde:

- N_F é o número de fragmentos;
- a_i é o teor da amostra;
- a_L é o teor do lote;
- M_S é a massa da amostra;
- M_L é a massa do lote.

3.8. Heterogeneidade Distribucional (DH_L)

A heterogeneidade distribucional é relacionada à distribuição espacial dos fragmentos vizinhos no lote e sua diferença de composição. Novamente tomando como exemplo uma amostra hipoteticamente homogênea, todo e qualquer fragmento selecionado teria a mesma composição média.

Portanto DH_L é a diferença entre as unidades constituintes do lote, que pode ser diminuída com uma homogeneização adequada.

3.9. Tipos de Erros de Amostragem

Podemos chegar ao erro total de amostragem calculando a soma de diversos erros individuais. Todos os erros têm dois componentes: (1) um componente aleatório caracterizado unicamente pela variância e (2) um componente não aleatório caracterizado unicamente pela média (CHIREGATI, 2007).

3.9.1. O Erro Fundamental de Amostragem (FSE)

Ao se coletar uma amostra com massa M_S de um lote de massa M_L , fragmento por fragmento, garantindo-se que cada um tenha a mesma probabilidade de ser selecionado surge um erro entre o teor real e desconhecido do lote e o teor da amostra. Este erro é o menor existente para uma amostra coletada nas condições

ideias, por isso é chamado de erro fundamental de amostragem. Geralmente é caracterizado pela média tendendo a zero e a variância calculada a partir da fórmula de Gy:

Equação 5 - Fórmula de Gy

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

Onde:

s^2_{FSE} é a variância relativa do possível resultado do teor da amostra;

d é o tamanho máximo dos fragmentos;

c, f, g e l são fatores que podem ser obtidos experimentalmente ou calculados:

- c é o fator de mineralogia, calculado por:

Equação 6 - Fator de Mineralogia

$$c = \gamma_M \frac{(1-a_L)}{a_L} + \gamma_g (1-a_L)$$

- γ_M é a densidade do mineral de interesse;
- γ_g é a densidade dos minerais de ganga;
- a_L é o ter do mineral de interesse no lote, em decimal.

- f é o fator de forma, onde:

- $f = 0,1$ para minerais laminares;
- $f = 0,2$ para materiais moles e submetidos a tensões mecânicas;
- $f = 0,5$ para a maioria dos minerais (GY, 1967 APUD CHIEREGATI e PITARD, 2012);
- $f = 0,523$ para fragmentos esféricos;
- $1 < f < 10$ para minerais aciculares.

- g é o fator de granulometria:

- $g = 0,25$ para minerais não calibrados (exemplo: produto de um britador);
- $g = 0,55$ para materiais calibrados (resultantes do peneiramento entre duas malhas);
- $g = 0,75$ para materiais naturalmente calibrados (grãos).

- l é o fator de liberação:

Adota-se de acordo com o grau de heterogeneidade conhecido do material (PITARD, 1993):

- $I = 0,05$ – materiais muito homogêneos;
- $I = 0,10$ – materiais homogêneos;
- $I = 0,20$ – materiais medianos;
- $I = 0,40$ – materiais heterogêneos;
- $I = 0,80$ – materiais muito heterogêneos.

M_S é a massa da amostra;

M_L é a massa do lote.

3.9.2. O Erro de Segregação e Agrupamento (GSE)

Sabe-se que o erro fundamental é o mínimo gerado ao se selecionar uma amostra de um determinado lote. No entanto, o mínimo só é alcançado sob uma condição estatística: os fragmentos da amostra devem ser selecionados aleatoriamente, um por um individualmente, e, na prática, isso não acontece. Ao selecionar um incremento para formar uma amostra, esse incremento geralmente é composto por vários fragmentos. Portanto, estatisticamente falando, uma amostra não é composta estritamente por fragmentos aleatórios, mas por um grupo aleatório de fragmentos. Consequentemente, quanto maior o grupo, maior o erro de segregação e agrupamento.

3.9.3. O Erro de Flutuação de Heterogeneidade (HFE)

Um lote será influenciado por variações que refletem essencialmente as atividades humanas, as quais levam a um novo conceito de heterogeneidade, que pode ser dividido em dois termos:

- heterogeneidade introduzida por tendências de longo prazo, definida como uma segregação de grande escala;
- heterogeneidade introduzida por fenômenos cíclicos.

Assim, podemos definir dois novos erros, que formam o HFE, introduzidos por esse tipo de heterogeneidade: o erro de variação de heterogeneidade de longo prazo e o erro de variação periódica de heterogeneidade, que também são componentes do erro global de estimativa (CHIEREGATI, 2007).

3.9.4. O Erro de Materialização do Incremento (IME)

Baseamos nosso raciocínio na seleção de pontos imaginários dentro do domínio de interesse de um lote. Porém, na realidade esses pontos são formados por fragmentos ou grupos de fragmentos (CHIEREGATI, 2007). A materialização desses fragmentos nos fornece os incrementos da amostra, que são delimitados e posteriormente extraídos, gerando erros.

Portanto, pode-se definir o erro de materialização do incremento como a soma dos erros de delimitação, extração e preparação (CHIEREGATI e PITARD, 2012).

3.9.5. O Erro Total de Amostragem (TSE)

O estágio de preparação também é uma fonte geradora de erros, que pode variar desde a etapa de cominuição até a de pesagem. O erro gerado é normalmente acidental e denominado Erro de Preparação, **PE**.

Logo, o erro total de amostragem é a soma dos erros de amostragem, **SE**, e dos erros de preparação.

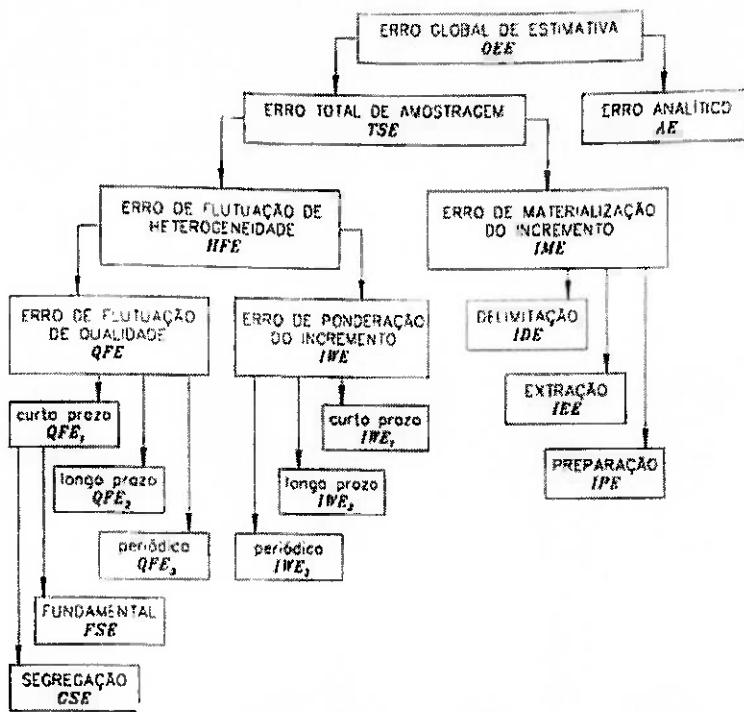
3.9.6. O Erro Analítico (AE)

O erro analítico é aquele cometido nas etapas de análise dos procedimentos executados.

3.9.7. O Erro Global de Estimativa (OEE)

É a soma do erro total de amostragem com o erro analítico.

Figura 2 – Fluxograma de Erros



Fonte: Chiregati, 2007

3.10. Fator Constante de Heterogeneidade Constitucional (IH_L)

Não é fácil calcular a heterogeneidade constitucional, visto no item 3.7., na maioria dos casos. A razão disso é a dificuldade de se estimar o número de fragmentos N_F usados.

Para contornar este problema, multiplicamos os dois lados da equação por $\frac{M_L}{N_F}$, que

nada mais é do que a massa média M_i dos fragmentos, de tal modo que:

Equação 7 - Equação IHL

$$IHL = CH_L \frac{M_L}{N_F} = CH_L M_i = g \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_S^2}{M_L}$$

Sendo:

g = o fator granulométrico;

a_i = o teor da amostra;

a_L = o teor médio do lote

Equação 8 - Teor Médio do Lote

$$a_L = \frac{1}{M_L} \sum a_i M_S$$

M_S = massa da amostra;

M_L = massa média do lote.

O fator IH_L sempre pode ser calculado, independentemente do número de fragmentos N_F .

Portanto, IH_L é mais apropriado para aplicações práticas, tais como o cálculo da variância do erro fundamental.

3.11. Fórmula de Gy Calibrada

Como visto no item 3.9.1., a fórmula de Gy nos permite calcular a variância do erro fundamental. Entretanto ela se limita aos fatores definidos pelo próprio Gy, que nem sempre são acurados para todos os tipos de minério. Portanto, é necessário calibrar a fórmula para cada minério.

Para isto, realiza-se o teste de heterogeneidade e estimam-se as constantes K e α da fórmula calibrada de Gy:

Equação 9 - Fórmula de Gy Calibrada

$$s^2 = K d^\alpha \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

Para estimar os valores de K e α , basta usar o IH_L de diversas frações granulométricas e o diâmetro médio das partículas a conforme fórmula a seguir. Em seguida, constrói-se um gráfico di-log e a linha de tendência.

Equação 10 - Diâmetro Médio

$$d = \sqrt[3]{\frac{d_1^3 + d_2^3}{2}}$$

Onde:

- d_1 = diâmetro da peneira de menor malha
- d_2 = diâmetro da peneira de maior malha

4. METODOLOGIA

As etapas da metodologia adotada neste trabalho são descritas a seguir.

4.1. Faixas Granulométricas

Aproximadamente 500 kg de minério de zinco, considerado representativo da alimentação da usina estudada no presente trabalho do mês de setembro de 2018, foram secos e peneirados nas seguintes faixas granulométricas:

- -25,4 mm + 12,7 mm;
- -12,7 mm + 6,35 mm;
- -6,35 mm + 4,75 mm;
- -4,75 mm + 3,35 mm.

A figura 3 ilustra o processo de peneiramento:

Figura 3 - Malhas de Peneiramento Utilizadas



Fonte: Autoria Própria

4.2. Teste de Heterogeneidade (TH)

O teste de heterogeneidade consiste na coleta aleatória de fragmentos, um a um, simulando um procedimento ideal de amostragem. Os lotes são homogeneizados e distribuídos em uma superfície plana, geralmente uma mesa, de forma que não haja sobreposição dos fragmentos, de tal modo que todos tenham igual probabilidade de seleção.

A superfície plana é dividida em células quadradas e, para cada amostra, é selecionado um fragmento de cada célula.

Por se tratar de um teste de coleta manual, é muito difícil trabalhar com frações muito finas, abaixo de 2 mm. Já frações acima de 25,4 mm também são de difícil manuseio, pois seria necessária uma massa inicial muito grande para realizar o teste nesta fração. Portanto, os tamanhos de fragmentos usados no teste variaram de 3,35 mm a 25,4 mm.

O tamanho da malha varia de acordo com a fração granulométrica trabalhada, como pode ser visto na tabela a seguir:

Tabela 1 - Tamanho das malhas por faixa granulométrica

Lote	Malha (mm)
-25,4 mm + 12,7 mm	300
-12,7 mm + 6,35 mm	200
-6,35 mm + 4,75 mm	100
-4,75 mm + 3,35 mm	100

Para cada fração são coletadas 50 amostras, com o número de fragmentos igual ao número de quadrados da malha, que são pulverizadas e mandadas para análise química. Os resultados do teste se encontram no apêndice A. A figura 4 ilustra um procedimento do teste de heterogeneidade.

Figura 4 - Teste de Heterogeneidade – Malha 100 mm



Fonte: Autoria Própria

4.3. Duplicate Samples Analysis (DSA)

Para realização do DSA é feito usando um equipamento de divisão de massa que, no caso desse estudo, usou-se o divisor Jones.

O procedimento experimental consiste em coletar uma amostra em torno de 500 kg da alimentação da usina, secar e peneirar nas faixas granulométricas a seguir:

- -25,4 mm + 12,7 mm;
- -12,7 mm + 6,35 mm;
- -6,35 mm + 4,75 mm;
- -4,75 mm + 3,35 mm.

Cada faixa granulométrica compõe um lote de massa **M**, que, utilizando-se o divisor Jones, é repartido em duas amostras de $\frac{M}{2}$, em caso de separação perfeita. A partir

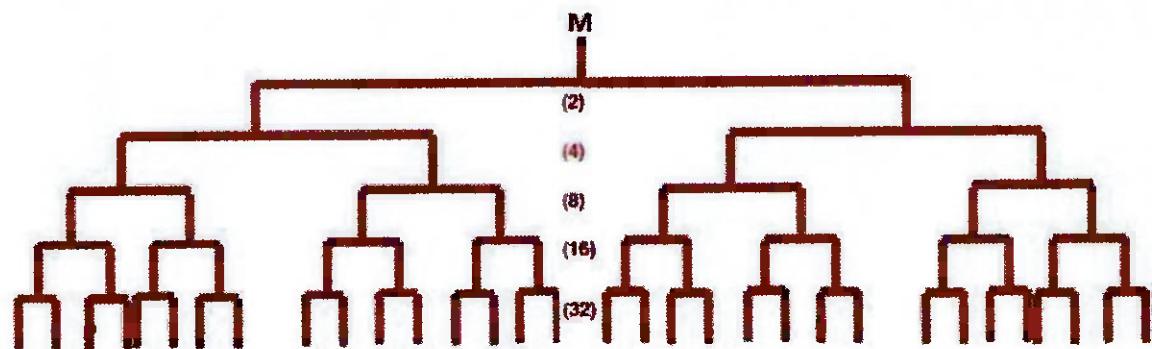
das novas massas geradas, divide-se novamente em dois, gerando quatro massas com valores próximos de $\frac{M}{4}$.

Seguindo a mesma linha de raciocínio, de sempre pegar o resultado e dividir por dois, continuamos o procedimento até obter 32 amostras (FRANÇOIS BOUNGARÇON, 1993).

As amostras são pulverizadas e enviadas para análise química. Os resultados se encontram no apêndice B.

A figura 5 apresenta o processo:

Figura 5 - Etapas do DSA



Fonte: Minnit. 2007

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As constantes K e α foram calculadas pela fórmula de Gy, pelo teste de heterogeneidade e pelo DSA.

5.1. Fórmula de Gy Não-Calibrada

Baseado na equação 5:

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

Adotamos os valores:

- c é o fator de mineralogia, calculado por:

$$c = \gamma_M \frac{(1-a_L)}{a_L} + \gamma_g (1-a_L)$$

- γ_M é a densidade do mineral de interesse = 4,1 g/cm³;
- γ_g é a densidade dos minerais de ganga = 2,66 g/cm³;
- a_L é o ter do mineral de interesse no lote, em decimal = 0,075.

$$c = 4,1 \frac{(1 - 0,0750)^2}{0,0750} + 2,66 (1 - 0,0750) = 49,21$$

- $f = 0,5$;
- $g = 0,55$;
- $l = 0,20$

A partir da aplicação dos fatores na fórmula de Gy, a seguinte equação é obtida:

$$s_{FSE}^2 = 2,7068 d^3 \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

Onde as constantes de amostragem são as seguintes:

- $\alpha = 3$;
- $k = 2,7068$.

5.2. Fórmula de Gy Calibrada

5.2.1. Teste de Heterogeneidade (TH)

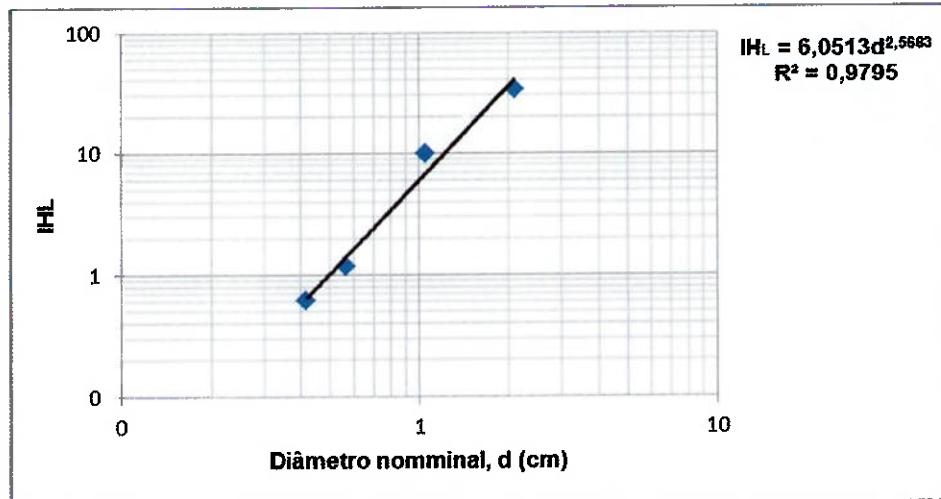
Os resultados para IHL para cada diâmetro nominal estão representados na tabela 2:

Tabela 2 - IHL em função do diâmetro nominal - TH

d (cm)	IHL
2,097	33,625
1,048	10,025
0,566	1,184
0,417	0,623

Com os dados da tabela 1, traçou-se o gráfico di-log representado na figura 6:

Figura 6 - IHL x diâmetro nominal - TH



Fonte: Autoria Própria

Utilizando-se a regressão linear pela linha potencial, chega-se à seguinte equação:

$$s^2 = 6,0513 d^{2,5683} \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

Onde as constantes de amostragem são as seguintes:

- $\alpha = 2,5683$;
- $k = 6,0513$.

O coeficiente de Pearson (R^2) mostra uma correlação alta, deste modo, a calibração pode ser considerada aceitável.

5.2.2. DSA

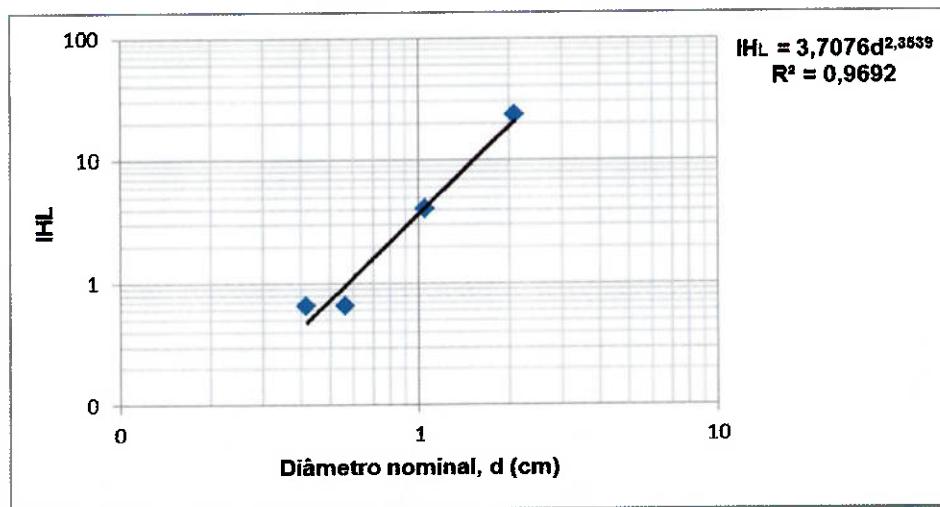
Os resultados para IHL para cada diâmetro nominal estão representados na tabela 3:

Tabela 3 - IHL em função do diâmetro nominal - DSA

d (cm)	IHL
2,097	23,225
1,048	4,014
0,566	0,659
0,417	0,657

Com os dados da tabela 2, traçou-se o gráfico di-log representado na figura 7:

Figura 7 - IHL x diâmetro nominal - DSA



Fonte: Autoria Própria

Utilizando-se a regressão linear pela linha potencial, chega-se na seguinte equação:

$$s^2 = 3,7076 d^{2,3539} \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right)$$

Onde as constantes de amostragem são as seguintes:

- $\alpha = 2,3539$;
- $k = 3,7076$.

O coeficiente de Pearson (R^2) mostra uma correlação alta, deste modo, a calibração pode ser considerada aceitável.

5.3. Comparação entre os fatores de Gy, o TH e o DSA

A tabela 4 mostra o resultado obtido nos dois testes, vale salientar que, mesmo os dois tendo um alto coeficiente de Pearson individualmente, os valores de k são muito diferentes.

Tabela 4 - Comparativo GY x TH x DSA

	K	A	R ²
GY	2,7068	3	-
TH	6,0513	2,5683	0,9795
DSA	3,7076	2,3539	0,9692

5.4. Cálculo de Massa Mínima da Alimentação da Usina

Considerando o d_{95} da alimentação da usina de beneficiamento de minério de zinco igual a 19 mm e um desvio padrão máximo do erro fundamental de amostragem igual a 10%, conforme recomendação de Pitard (2013), as seguintes massas mínimas de amostras representativas são obtidas usando as fórmulas de Gy calibrada e não calibrada.

Figura 8 - Tabela de Variâncias

Vários tipos de incertezas	Metais preciosos, impurezas e investigações preliminares em amostras	Metais base, subprodutos e para amostragem ambiental, aplicação da lei e casos de litígios
Variância	0,1024	0,0400
Variância para IDEs, IEEs, IPEs, IWEs, GSEs, Aes	0,0512	0,0200
Variância para FSE (primeiro estágio de amostragem)	0,0256	0,0100
Variância para FSE (segundo estágio de amostragem)	0,0128	0,0050
Variância para FSE (terceiro estágio de amostragem) Etc..	0,0064	0,0025

Fonte: Pitard, 2013 - Adaptado.

Considerando a massa do lote muito grande, o termo $\frac{1}{M_L}$ tende a zero, podendo ser desprezado da equação. Logo, isolando-se M_S , temos:

Equação 11 - Equação da massa mínima

$$M_S = \frac{K d^\alpha}{s^2}$$

5.4.1. Massa Mínima – Fórmula não calibrada

Substituindo os dados da tabela 3 na fórmula do item 5.4. e o d_{95} de 1,9 cm, obtemos a seguinte massa mínima:

$$M_S = \frac{2,7068 \times 1,9^3}{0,01} = 1856,6 \text{ g} = 1,86 \text{ kg}$$

5.4.2. Massa Mínima – Fórmula Calibrada - TH

Substituindo os dados da tabela 3 na fórmula do item 5.4. e o d_{95} de 1,9 cm, obtemos a seguinte massa mínima:

$$M_s = \frac{6,0513 \times 1,9^{2,5683}}{0,01} = 3146,1 \text{ g} = 3,15 \text{ kg}$$

5.4.3. Massa Mínima – Fórmula Calibrada - DSA

Substituindo os dados da tabela 3 na fórmula do item 5.4. e o d_{95} de 1,9 cm, obtemos a seguinte massa mínima:

$$M_s = \frac{3,7076 \times 1,9^{2,3539}}{0,01} = 1679,8 \text{ g} = 1,68 \text{ kg}$$

5.4.4. Comparaçao entre massa mínima de Gy, o TH e o DSA

Tabela 5 - Comparativo de massas mínimas

Método	Massa Mínima (kg)
Gy	1,86
TH	3,15
DSA	1,68

6. CONCLUSÕES

No que diz respeito à constante α , os resultados da calibração pelo TH e pelo DSA, com o uso de 4 frações granulométricas se mostraram consistentes. Entretanto, a constante K apresentou diferenças mais elevadas entre o TH e o DSA. Ambas as calibrações podem ser consideradas aceitáveis, com base nos coeficientes de Pearson (R^2) de aproximadamente 0,97.

No que diz respeito à fórmula de Gy não calibrada, pode-se afirmar que os valores são similares aos resultados do DSA e apresentaram diferenças maiores em relação aos resultados do TH. Entretanto, levando-se em consideração que o cálculo dos fatores resulta em uma primeira aproximação das constantes reais, considera-se aceitável usar os fatores de Gy para a estimativa do erro fundamental de amostragem para o minério de zinco em estudo.

Considerando que o valor da massa mínima será usado para a estimativa de milhares de quilos de minério, uma diferença de aproximadamente 1,5 kg não se mostra muito significante, mesmo o TH tendo o dobro do valor dos outros dois métodos.

Portanto, conclui-se que os três métodos de calibração das constantes K e α da fórmula de Gy são equivalentes e podem ser usados com confiança para o cálculo da variância do erro fundamental de amostragem e das massas mínimas de amostras, bem como para a otimização de protocolos de amostragem de minérios de zinco.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CHAVES, A.P. et al. **Manuseio de sólidos granulados**. 2.ed. rev. e aprimorada. São Paulo: Oficina de Textos, 2012. Cap. 7, p. 323-364. (Teoria e prática do tratamento de minérios, v. 5).
- CHIEREGATI, A.C. **Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros**. Edição Revisada. São Paulo, 2007. 201p. Tese (Doutorado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo.
- CHIEREGATI, A.C.; PITARD, F. Fundamentos teóricos da amostragem. In: CHAVES, A.P. et al. **Manuseio de sólidos granulados**. 2.ed. rev. e aprimorada. São Paulo: Oficina de Textos, 2012. Cap. 7, p. 323-364. (Teoria e prática do tratamento de minérios, v. 5).
- COSTA NETO, Pedro Luiz de Oliveira. **Estatística**. 2. ed. São Paulo: Blücher, 2002. 266 p. ISBN 85-212-0300-4.
- FRANÇOIS-BOUNGARÇON, D. M. 1993. **The practice of the sampling theory of broken ores**, CIM Bulletin
- GY P.M. **Sampling for analytical purposes**. Chichester: Wiley, 1998.
- MINNITT, R.C.A.; RICE, P.M.; SPANGENBERG, C. Part 2; **Experimental calibration of sampling parameters K and alpha for Gy's formula by the sampling tree method**. The Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy, v.107, n. 8, p. 513-518, Aug. 2007.
- PITARD, F.F. **Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control**. 2nd. ed. Boca Raton: CRC Press, 1993.
- PITARD, F.F. **Guidelines for acceptable allotted sampling uncertainty**. 6th World Conference on Sampling and Blending, 2013

APÊNDICE A – DADOS EXPERIMENTAIS TESTE DE HETEROGENEIDADE

-4,75 + 3,35 mm			-6,35 + 4,75 mm			-12,7 + 6,35 mm			-25,4 + 12,7 mm		
Amostra	Zn (%)	massa (g)	Amostra	Zn (%)	massa (g)	Amostra	Zn (%)	massa (g)	Amostra	Zn (%)	massa (g)
TH 301	5,12	52,4	TH 401	8,31	112,4	TH 601	7,40	241,1	TH 1201	9,88	604,5
TH 302	5,69	49,5	TH 402	6,15	103,1	TH 602	6,67	178,4	TH 1202	11,45	575,6
TH 303	5,99	44,4	TH 403	7,38	102,3	TH 603	5,73	228,9	TH 1203	7,39	434,0
TH 304	7,39	47,9	TH 404	9,01	103,2	TH 604	6,77	203,6	TH 1204	7,50	576,4
TH 305	5,93	46,5	TH 405	8,46	108,3	TH 605	8,91	213,9	TH 1205	10,25	404,3
TH 306	4,59	51,5	TH 406	7,64	106,3	TH 606	8,17	256,8	TH 1206	9,75	508,9
TH 307	4,58	53,3	TH 407	6,59	107,8	TH 607	8,31	221,2	TH 1207	4,76	571,4
TH 308	4,75	49,1	TH 408	7,20	102,6	TH 608	9,61	202,5	TH 1208	5,07	536,8
TH 309	7,01	40,4	TH 409	7,73	104,3	TH 609	14,03	209,2	TH 1209	8,87	465,3
TH 310	5,3	47,3	TH 410	7,05	98,7	TH 610	6,52	211,8	TH 1210	8,06	381,2
TH 311	5,79	44,6	TH 411	7,36	96,5	TH 611	5,94	225,5	TH 1211	5,08	486,3
TH 312	5,37	46,9	TH 412	4,82	109,9	TH 612	4,49	225,4	TH 1212	6,89	506,3
TH 313	6,13	43,4	TH 413	8,21	102,4	TH 613	4,30	212,5	TH 1213	9,98	391,2
TH 314	6,34	44,5	TH 414	6,75	100,2	TH 614	8,23	212,9	TH 1214	6,68	426,8
TH 315	6,54	47,1	TH 415	6,71	93,9	TH 615	7,36	224,1	TH 1215	5,66	465,7
TH 316	7,65	41,5	TH 416	7,8	83,5	TH 616	12,37	213,6	TH 1216	6,27	483,7
TH 317	6,09	46,5	TH 417	8,56	103	TH 617	5,83	228,3	TH 1217	6,44	604,0
TH 318	5,09	43,1	TH 418	7,76	89	TH 618	5,90	222,2	TH 1218	7,51	481,6
TH 319	7,04	44,9	TH 419	10,75	99,6	TH 619	7,56	200,0	TH 1219	6,35	415,0
TH 320	5,62	46,5	TH 420	6,86	91,3	TH 620	7,76	210,9	TH 1220	8,44	430,3
TH 321	7,98	42,6	TH 421	7,16	86,9	TH 621	8,42	226,1	TH 1221	7,70	463,8
TH 322	6,35	45,4	TH 422	7,15	99,5	TH 622	5,11	183,2	TH 1222	6,09	537,3
TH 323	6,4	43,1	TH 423	7,04	83,7	TH 623	6,71	227,1	TH 1223	9,44	349,8
TH 324	5,76	46,2	TH 424	5,7	96	TH 624	7,18	219,6	TH 1224	12,82	589,6
TH 325	6,86	46,7	TH 425	10,22	84,9	TH 625	9,02	220,0	TH 1225	12,37	674,6
TH 326	6,35	44,9	TH 426	6,41	98,5	TH 626	8,68	188,1	TH 1226	9,41	429,4
TH 327	5,35	43,6	TH 427	8,81	94,2	TH 627	8,05	239,9	TH 1227	5,10	561,2
TH 328	7,47	50,1	TH 428	9,42	98,2	TH 628	11,79	221,3	TH 1228	10,30	689,5
TH 329	8,02	49,4	TH 429	7,51	81	TH 629	13,52	220,0	TH 1229	9,26	794,3
TH 330	5,23	47,5	TH 430	8,62	97	TH 630	7,41	212,3	TH 1230	11,56	731,8
TH 331	5,49	46,3	TH 431	8,01	85	TH 631	7,24	217,5	TH 1231	10,64	660,9
TH 332	5,7	42,3	TH 432	8,15	96,9	TH 632	10,81	206,7	TH 1232	2,12	552,1
TH 333	6,93	42,9	TH 433	8,1	83,7	TH 633	4,89	203,6	TH 1233	9,57	786,5
TH 334	7,21	41,4	TH 434	7,82	83,5	TH 634	12,15	213,8	TH 1234	3,62	513,7
TH 335	6,98	37,6	TH 435	7,52	98,1	TH 635	7,39	220,8	TH 1235	6,85	683,8
TH 336	5,37	40,3	TH 436	7,58	99,5	TH 636	9,36	213,0	TH 1236	7,99	481,3
TH 337	7,94	40,7	TH 437	6,43	85,5	TH 637	12,05	199,1	TH 1237	2,43	665,2
TH 338	5,28	43	TH 438	8,70	100,2	TH 638	7,97	228,6	TH 1238	4,44	576,7
TH 339	6,88	40,4	TH 439	8,82	85,8	TH 639	9,28	193,6	TH 1239	9,78	601,9
TH 340	6,75	41,7	TH 440	6,32	81,6	TH 640	5,05	206,2	TH 1240	6,94	701,1
TH 341	5,09	43,5	TH 441	6,91	98,9	TH 641	8,01	227,9	TH 1241	8,68	543,8
TH 342	8,12	42,5	TH 442	7,41	83,9	TH 642	5,96	207,8	TH 1242	6,14	628,3
TH 343	5,86	44	TH 443	8,16	100,2	TH 643	5,02	192,5	TH 1243	11,02	586,2
TH 344	5,52	40,5	TH 444	8,19	85,5	TH 644	8,06	199,9	TH 1244	11,64	609,7
TH 345	4,82	43	TH 445	6,34	101,7	TH 645	8,29	216,7	TH 1245	11,02	711,5
TH 346	6,7	42,9	TH 446	7,29	84,2	TH 646	9,16	205,5	TH 1246	8,29	715,9
TH 347	6,63	41	TH 447	9,00	103,1	TH 647	10,21	197,4	TH 1247	11,32	480,5
TH 348	4,96	37,4	TH 448	7,31	84,3	TH 648	11,77	205,0	TH 1248	6,56	555,4
TH 349	6,76	39,8	TH 449	8,28	91,3	TH 649	13,76	178,9	TH 1249	8,32	449,0
TH 350	5,29	39,5	TH 450	5,69	97,6	TH 650	6,01	177,3	TH 1250	5,99	577,5
Massa Total	2221,5		4768,7			10612,2			27631,6		
Massa Média / Teor Médio	7,2		12,5			25,9			69,1		