

TESTE DE HETEROGENEIDADE EM AMOSTRAS DE MINÉRIO DE FERRO DA SAMARCO MINERAÇÃO S/A

ROCHA, P.H.¹, ULIANA, A.²

¹Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Departamento de Engenharia de Minas.
e-mail: pedro_henrocha@hotmail.com

²Samarco Mineração S/A, Gerência Geral de Tecnologia e Ecoeficiência.
e-mail: alexandro.uliana@samarco.com

RESUMO

Para qualquer tipo de investigação feita acerca de uma ocorrência ou processamento mineral, uma atividade é imprescindível: a amostragem. Ela surge da necessidade de se conhecerem características de uma população através de um lote de massa consideravelmente reduzida (amostra). Para que a alíquota seja considerada representativa e confiável, os erros devem ser evitados. Porém, ainda que se considerem todos os erros operacionais como inexistentes, há um erro que sempre estará presente: o erro fundamental. Este surge pela característica da ocorrência mineral, que em geral se apresenta de uma maneira heterogênea nas reservas. Este estudo visa determinar o desvio padrão do erro fundamental de amostragem da reserva de itabirito da Samarco Mineração S/A, localizada no quadrilátero ferrífero de Minas Gerais e constituída por aproximadamente 40% de ferro. Para tal, utilizou-se um método de composição amostral com fragmentos aleatórios, chamado de teste de heterogeneidade. O valor de desvio padrão encontrado, bem abaixo do recomendado pela bibliografia para o processo, permitiu uma proposição de um novo protocolo a ser utilizado nos laboratórios da empresa.

PALAVRAS-CHAVE: amostragem; heterogeneidade; protocolo; itabirito.

ABSTRACT

For any kind of research about an occurrence or mineral processing, an activity is essential: the sampling. And it arises from the necessity of knowing the characteristics of a population through a batch of mass considerably reduced (sample). For the aliquot to be considered as representative and reliable, the errors must be avoided. However, even if all the operational errors are taken as non-existent, there is one error that it will be always present: the fundamental error. This appears because the characteristic of the mineral occurrence which, in general, presents itself heterogeneously in the mineral reserves. This paper aims to determine the standard deviation of sampling's fundamental error in the itabirite's reserve of Samarco Mineracao S/A. The mine consists of approximately 40% of iron and it is located at the *Quadrilatero Ferrifero*, in the State of Minas Gerais, Brazil. For the analysis we have used a sampling composition method with random fragments that is called heterogeneity test. The standard deviation value found was much lower than those recommended by technical literature that we followed. This results allowed a proposition of a new protocol to be used in the Samarco Company laboratories.

KEYWORDS: sampling; heterogeneity; protocol; itabirite.

1. INTRODUÇÃO

Rotineiramente nos encontramos em situações em que necessitamos de informações sobre uma determinada população. Muitas vezes, porém, a população sobre a qual se busca dados é muito grande e nesse caso uma atividade é imprescindível: a amostragem. A amostragem é a redução do número de indivíduos de uma população, de modo que os dados coletados neste grupo menor possam ser relacionados com aquele, dentro de uma margem de erro, chamada de variância. Para se obterem informações confiáveis, é fundamental buscar sempre reduzir os erros envolvidos na amostragem.

Quando temos uma variância igual a zero, dizemos que nossa população é homogênea. Isso acontece quando todos os indivíduos se comportam da mesma maneira. Este comportamento, porém, é raramente observado, e na mineração não é diferente.

Ao trabalharmos em laboratório com determinado lote de uma amostra mineral, são facilmente observadas diferenças de composição entre seus fragmentos, como cor, forma, tamanho etc. Essas diferenças fazem parte da natureza da espécie mineral. Ainda que se tomem todos os cuidados devidos a fim de eliminar erros operacionais da amostragem, a heterogeneidade sempre vai existir. Este estudo visa calcular o erro devido à heterogeneidade constitucional para um minério de ferro da Samarco Mineração S/A e discutir novos procedimentos de amostragem, com possibilidade de redução de custos e garantia de qualidade nos testes.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Fazer um determinado levantamento estatístico de uma população muitas vezes é complicado. Quando temos em mãos um número pequeno de indivíduos, uma simples contagem de ocorrências nos fornece os dados que necessitamos. Porém, em grande parte dos casos, existe uma impossibilidade ou inviabilidade de trabalharmos com todos os indivíduos de uma população. Nesse caso, a amostragem é a ferramenta que faz com que seja possível o levantamento dos dados. A amostragem é a redução do número de indivíduos de uma população, de modo que os dados coletados neste grupo menor possam ser relacionados com aquele, dentro de uma margem de erro, chamada de variância. Considerando um processo de seleção que garanta a representatividade da amostra (amostra não enviesada), quanto mais próxima de zero for a variância dos dados amostrais, mais confiável será a inferência entre as informações da população e do amostrado. Caso contrário, teremos uma população cada vez mais heterogênea.

2.1. A heterogeneidade constitucional

Ao tomarmos em um laboratório uma porção de massa de um determinado minério, é fácil notar, a olho nu ou microscópio ótico, diferenças características entre os fragmentos que o compõem. Essas diferenças são geradas pela heterogeneidade constitucional do minério. Segundo Koyama (2009), “a heterogeneidade constitucional (CH_L) se baseia nas propriedades fundamentais dos fragmentos de um lote, quando observados individualmente”. Ainda segundo o autor, “pode-se

definir que a heterogeneidade constitucional (CH_L) de um lote L é um valor relativo e adimensional definido pela variância das heterogeneidades h_i , dos N_F fragmentos F_i que compõem o lote:

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

Onde:

a_i é o teor de ferro de um fragmento;

a_L é o teor de ferro do lote ao qual pertence este fragmento;

M_i é a massa deste fragmento;

M_L é a massa do lote ao qual pertence este fragmento.

Encontra-se uma dificuldade muito grande na utilização da Equação (1), tendo em vista que na maioria dos casos o número de fragmentos é muito grande. Assim, Pitard (1993 apud KOYAMA, 2009), sugere um método indireto de estimativa do fator constante de heterogeneidade constitucional. Este consiste em uma coleta aleatória de fragmentos de uma amostra mineral de uma determinada granulometria, compondo-se um número determinado de lotes. A estimativa do fator constante de heterogeneidade constitucional, $EST IH_L$, é dada a partir de aproximações feitas da equação do fator constante de heterogeneidade constitucional:

$$IH_L = clfgd^3 \quad (2)$$

Onde:

c é o fator mineralogia;

l é o fator liberação;

f é o fator forma;

g é o fator granulometria e

d é o diâmetro das partículas.

O $EST IH_L$ é então apresentado como:

$$EST IH_L = g \sum \frac{(a_q - a_Q)^2}{a_Q^2} \cdot \frac{M_q^2}{M_Q} \quad (3)$$

Onde:

g é o fator granulometria. Para este estudo, utilizou-se $g = 0,55$ (materiais calibrados, provenientes de duas telas consecutivas de um peneiramento, como sugerido por Gy);

a_q é o teor de ferro do lote;

M_q é a massa do lote;

a_Q é a média ponderada do teor de ferro para todas as amostras de uma faixa granulométrica;

M_Q é a soma das massas de todas as amostras de uma faixa granulométrica.

Observa-se que, diferentemente do CH_L , o $EST IH_L$ possui dimensão de massa.

Ainda segundo Pitard (1993), o método indireto de estimativa do fator constante de heterogeneidade constitucional permite relacionar o $EST IH_L$ com o diâmetro

nominal de uma fração granulométrica. O diâmetro nominal é dado pela Equação (4), a seguir:

$$d = \sqrt[3]{\frac{d_1^3 + d_2^3}{2}} \quad (4)$$

Em que d_1 e d_2 são as aberturas nominais consecutivas de duas peneiras utilizadas em um peneiramento.

Os valores encontrados para o $EST\ IH_L$ podem ser então aplicados para calcular a variância do erro fundamental s_{FSE}^2 para diferentes diâmetros nominais, de acordo com a fórmula de Gy (1998):

$$s_{FSE}^2 = \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) IH_L \quad (5)$$

Em que M_S é a massa de uma alíquota retirada de uma amostra de massa M_L . Para o valor de IH_L , utilizou-se o encontrado para o $EST\ IH_L$, como proposto pelo Teste de Heterogeneidade. Assim, é possível calcular o desvio padrão do erro fundamental, s_{FSE} .

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Escolha das faixas granulométricas para procedimento de composição de lotes

O tipo de minério escolhido para a realização do teste de heterogeneidade foi o denominado Itabirito Anfibolítico Martítico (IAM), da mina de Alegria Sul. O motivo da escolha se deu pela participação deste tipo na reserva da Samarco (aproximadamente 25%) e a disponibilidade de amostras no galpão de testemunhos da empresa. Além disso, respeitou-se a proporção das diferentes compacidades (compacto, semi-compacto, friável 1, friável 2 e friável 3) no momento da composição.

O procedimento prático consistiu na formação de lotes amostrais, com fragmentos coletados aleatoriamente dos compostos de IAM Sul, em faixas granulométricas diferentes. No total, formaram-se 30 lotes em 3 faixas granulométricas. Pitard (1993), recomenda que para minerais de teores maiores seja utilizado um número de fragmentos $n \geq 50$, por lote. Além disso, estipulou-se que a menor massa de um lote fosse de 5g, massa mínima necessária para realização da análise química. Para as faixas com fragmentos maiores do que 3,4mm, utilizou-se 50 fragmentos para composição do lote. Para faixas com fragmentos de menor dimensão, optou-se por coletar um número maior, tendo em vista a massa limitante de 5g. O número de fragmentos totais n em cada faixa granulométrica para realização de coleta deve ser de pelo menos dez vezes o número de lotes p multiplicado pelo número de fragmentos Q , por grupo:

$$n > 10Qp \quad (6)$$

As faixas granulométricas foram escolhidas ante a disponibilidade de massa do material no galpão da Samarco, em que o máximo disponível para uma mesma compacidade foi de 200 kg. A princípio, trabalhou-se com duas opções de distribuição granulométrica, em que aquela chamada de Opção 1 abrangia intervalos maiores de tamanho e possuía prioridade sobre a Opção 2. A tabela abaixo mostra o número mínimo necessário de fragmentos por faixa, em cada opção:

Tabela 1. Número mínimo de fragmentos para a Opção 1.

Opção 1				
Faixa granulométrica (mm)		Q (nº)	p (nº)	n (nº)
9,52	6,35	50	30	15.000
6,35	3,4	50	30	15.000
3,4	1,7	120	30	36.000

Tabela 2. Número mínimo de fragmentos para a Opção 2.

Opção 2				
Faixa granulométrica (mm)		Q (nº)	p (nº)	n (nº)
9,52	7,94	50	30	15.000
7,94	6,35	50	30	15.000
6,35	4,8	50	30	15.000
4,8	3,4	50	30	15.000
3,4	2,4	120	30	36.000
2,4	1,7	340	30	102.000

De posse desses números, e a partir do diâmetro médio de cada fragmento por faixa e pela densidade do minério de cada compacidade de IAM Sul, determinou-se a massa mínima necessária para compor os lotes de cada tipo, por faixa. O resultado se encontra nas tabelas abaixo, para cada opção:

Tabela 3. Massa mínima para composição dos lotes da Opção 1.

Opção 1						
Faixa Granulométrica (mm)		IAM SUL Compacto (Kg)	IAM SUL Semi Compacto (Kg)	IAM Sul Friável 1 (Kg)	IAM Sul Friável 2 (Kg)	IAM Sul Friável 3 (Kg)
9,53	6,35	16,09	15,74	15,83	16,40	15,65
6,35	3,40	4,33	4,24	4,26	4,42	4,21
3,40	1,70	1,54	1,50	1,51	1,57	1,50

Tabela 4. Massa mínima para composição dos lotes da Opção 2.

Opção 2						
Faixa Granulométrica (mm)		IAM SUL Compacto (Kg)	IAM SUL Semi Compacto (Kg)	IAM Sul Friável 1 (Kg)	IAM Sul Friável 2 (Kg)	IAM Sul Friável 3 (Kg)
9,53	7,94	19,61	19,18	19,29	19,98	19,07
7,94	6,35	10,87	10,63	10,69	11,08	10,57
6,35	4,80	5,27	5,15	5,18	5,37	5,13
4,80	3,40	2,15	2,11	2,12	2,2	2,1
3,40	2,40	1,83	1,79	1,8	1,87	1,78
2,40	1,70	1,83	1,79	1,8	1,87	1,78

Realizou-se, então, peneiramento para avaliação das massas. Primeiramente com as peneiras em 4 malhas diferentes: 9,53 mm, 6,35 mm, 3,4 mm e 1,7 mm. Porém,

as massas retidas nessas malhas não foram suficientes para a execução da opção 1. Então, repetiu-se o peneiramento introduzindo as peneiras de malha 7,94 mm, 4,8 mm e 2,4 mm. Verificou-se disponibilidade mássica para os casos: “-6,35 mm+4,8 mm”, “-4,8 mm+3,4 mm” e “-3,4 mm+2,4 mm”.

Sendo assim, compôs-se uma pilha para cada uma dessas faixas, com todas as compacidades, respeitando-se a representatividade de cada uma.

3.2. Processo de catação aleatório de fragmentos

Após homogeneização de cada composto, os materiais foram dispostos em superfície limpa e lisa. Para garantir a aleatoriedade na coleta dos fragmentos, optou-se por formar uma matriz com o material, onde seria tomado um fragmento por quadro da matriz. Como o número de fragmentos em “-6,35 mm+4,8 mm” e “-4,8 mm+3,4 mm” deveria ser 50, optou-se por formar uma matriz 7x7, de modo que o fragmento coletado a menos não iria interferir significativamente na massa total. Para a fração “-3,4 mm+2,4 mm”, formou-se matriz 11x11, já que eram necessários 120 fragmentos.

A partir daí, fez-se uma catação de onde foi retirado um fragmento aleatório de cada quadro. Após a formação das 30 amostras para cada faixa granulométrica, os fragmentos foram então pulverizados e enviados para análise química de Fe, através de fluorescência de raios x. Por se tratar de lotes com massa relativamente baixa e a execução sucessiva de 90 pulverizações, tomou-se cuidado especial a fim de evitar contaminação das amostras e comprometer os resultados químicos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela abaixo mostra os resultados obtidos pela análise química das amostras, com a média e o desvio padrão da massa e teor de ferro para cada uma das faixas granulométricas.

Tabela 5. Massa e teor de ferro para cada lote.

Lote	Frações					
	-6,35 mm+4,8 mm		-4,8 mm+3,4 mm		-3,4 mm+2,4 mm	
	Massa (g)	Teor (%)	Massa (g)	Teor (%)	Massa (g)	Teor (%)
Média	20,06	44,96	8,87	44,46	6,25	44,96
Desvio Padrão	2,47	1,97	0,78	1,52	0,43	0,82

A tabela abaixo mostra o EST IH_L para cada um dos diâmetros nominais.

Tabela 6. Valores de EST IH_L para cada diâmetro nominal.

Diâmetro Nominal (mm)	5,66	4,17	2,95
EST IH_L (g)	0,0223	0,0057	0,0011

Os dados da Tabela 6 foram plotados no gráfico a seguir:

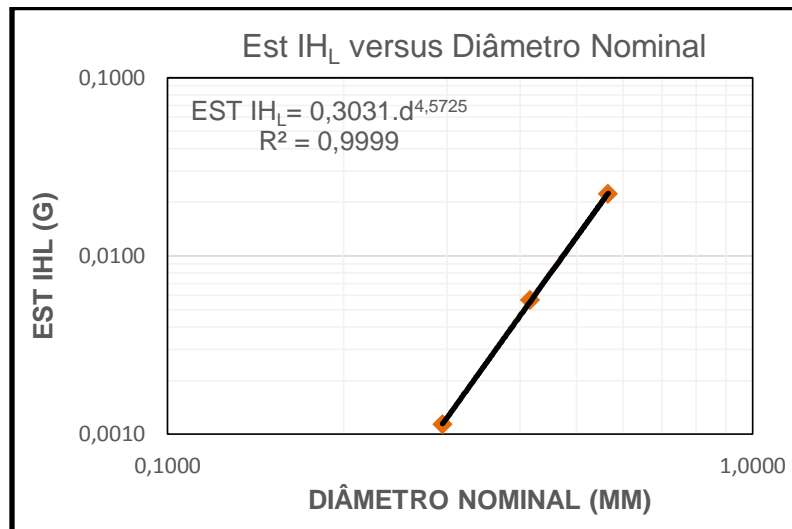


Figura 1. Gráfico EST IH_L x Diâmetro Nominal.

Desta forma, pode-se calcular o EST IH_L , onde a única variável existente é o diâmetro nominal das partículas, fornecida pela análise do gráfico da Figura 1.

$$EST\ IH_L = 0,3031.d^{4,5725} \quad (7)$$

Aqui, podemos traçar uma comparação entre as Equações (2) e (7). O produto dos fatores mineralogia, liberação, forma e granulometria foi determinado experimentalmente como:

$$clfg = 0,3031 \quad (8)$$

Além disso, o experimento nos fornece um expoente do fator granulometria igual a 4,5725, diferente do apresentado na Equação (2) (expoente igual a 3), porém tido como verdadeiro por se tratar de um valor empírico.

De posse das equações (3), (4), (5) e (7), torna-se possível calcular o desvio padrão do erro fundamental. Pitard (1993) sugere que se admita um desvio padrão de:

$$\begin{aligned} s_{FSE} &\leq \pm 0,5\% \text{ para amostragens comerciais;} \\ s_{FSE} &\leq \pm 5\% \text{ para amostragem técnica e controle de processos;} \\ s_{FSE} &\leq \pm 16\% \text{ para amostragens ambientais e exploratórias.} \end{aligned}$$

No caso deste estudo, considera-se $s_{FSE} \leq \pm 5\%$.

4.1. Aplicação prática em protocolos de amostragem da Samarco Mineração

As duas tabelas a seguir mostram dois protocolos de preparação de amostras com uma nova proposição de trabalho. A Tabela 7 mostra as atividades de cominuição e quarteamento para a determinação do teor de ferro de uma amostra retirada das reservas de Alegria. Já a Tabela 8 apresenta as atividades realizadas para arquivamento de massa da mesma amostra apresentada na tabela 7. Ressalta-se que o erro fundamental só aparece em atividades de redução de massa. Em atividades corretas de cominuição, o erro é zero.

Tabela 7. Protocolo para determinação de teor de ferro.

ETAPA	d1 (cm)	d2 (cm)	PROTOCOLO ATUAL			PROTOCOLO PROPOSTO		
			m_{i1} (g)	m_{f1} (g)	s_{FSE} Relativo ₁	m_{i2} (g)	m_{f2} (g)	s_{FSE} Relativo ₂
1. Britagem 1 (9,5 mm)	5,74	0,68	150.000	150.000	0,00%	150.000	150.000	0,00%
2. Quarteamento Rotativo 1	0,68	0,68	150.000	10.000	0,2202%	150.000	7.300	0,2602%
3. Britagem 2 (2 mm)	0,68	0,2	10.000	10.000	0,00%	7.300	7.300	0,00%
4. Quarteamento Rotativo 2	0,2	0,2	10.000	900	0,0442%	7.300	100	0,1379%
5. Pulverização	0,2	0,0106	900	900	0,00%	100	100	0,00%
6. Quarteamento Rotativo 3	0,0106	0,0106	900	100	0,00%	-	-	-
7. Análise Química	0,0106	0,0106	100	100	0,00%	100	100	0,00%
TOTAL					0,2246%			0,2945%

Tabela 8. Protocolo para reserva de amostra.

ETAPA	d1 (cm)	d2 (cm)	PROTOCOLO ATUAL			PROTOCOLO PROPOSTO		
			m_{i1} (g)	m_{f1} (g)	s_{FSE} Relativo ₁	m_{i2} (g)	m_{f2} (g)	s_{FSE} Relativo ₂
1. Britagem 1 (9,5 mm)	5,74	0,68	150.000	150.000	0,00%	150.000	150.000	0,00%
2. Quarteamento Rotativo 1	0,68	0,68	150.000	10.000	0,2202%	150.000	7.300	0,2602%
3. Britagem 2 (2 mm)	0,68	0,2	10.000	10.000	0,00%	7.300	7.300	0,00%
4. Quarteamento Rotativo 2	0,2	0,2	10.000	3.900	0,0174%	7.300	2.000	0,0265%
5. Reserva	0,2	0,2	3.900	3.900	0,00%	2.000	2.000	0,00%
TOTAL					0,2209%			0,2615%

Em ambos os casos, o desvio padrão do erro fundamental se encontra muito abaixo do sugerido por Pitard (1993).

As duas tabelas apresentam redução de massa no Quarteamento Rotativo 1. A Tabela 7 também elimina uma atividade de quarteamento e a Tabela 8 traz a proposta de se reservar uma massa menor, de 3.900 g para 2.000 g. Reduções ainda maiores poderiam ser realizadas sem extrapolar o desvio padrão máximo de 5%, porém se tornam inviáveis à medida que se aproxima do limite mínimo de massa para a realização dos ensaios.

Como grande parte dos ensaios que a Samarco realiza em empresas contratadas são cobrados em função da massa trabalhada, as reduções propostas nos novos protocolos possibilitam uma redução do custo operacional. Com essas reduções, pode-se reduzir o custo de operação em R\$14,40 por caracterização. No ano de 2014 foram realizadas 1200 caracterizações. Portanto, estima-se a redução dos custos de operação em cerca de R\$17.280,00 anuais.

5. CONCLUSÕES

A realização do Teste de Heterogeneidade é muito importante e útil para se mensurar o erro fundamental, envolvido nas atividades de amostragem em laboratório. Sua aplicação principal se dá no dimensionamento das massas que serão trabalhadas quando se faz necessário manipular uma amostra de massa muito grande. O baixo valor percentual do desvio padrão encontrado, abaixo de 0,3%, mostra uma heterogeneidade relativamente baixa para o itabirito lavrado pela Samarco. Esse dado reforça a confiabilidade nos processos de quarteamento de massa realizados em bancada. Além disso, possibilita estipular um valor ótimo, que

não seja tão grande que inviabilize o trabalho ou aumente os custos, nem tão pequeno que imprima grandes erros e torne os testes não confiáveis.

6. AGRADECIMENTOS

À Samarco Mineração S/A, pelo apoio ao desenvolvimento intelectual e profissional. À Gerência Geral de Tecnologia e Ecoeficiência, em especial ao engenheiro Alexandro Uliana, pela orientação durante todo o trabalho. À Gerência de Geologia, pelo fornecimento de material e dados técnicos fundamentais. À PCM, pelas atividades realizadas junto ao galpão de testemunhos da Samarco. À SGS Geosol pela realização dos testes com qualidade e eficiência.

7. REFERÊNCIAS

Bussab WO; Morettin PA. Estatística Básica. 5a. ed. São Paulo: Saraiva; 2004.

Gy P. Sampling for Analytical Purposes. 1998. Traduzido por AG Royle, John.

Koyama IK. Teste de Heterogeneidade como Método de Otimização de Protocolos de Amostragem. [Monografia]. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo; 2009.

Pitard FF. Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice: Heterogeneity, Sampling Correctness, and Statistical Process Control. 2a. ed. Boca Raton, Flórida: RC Press; 1993.