

AMOSTRAGEM

Ana Carolina Chieregati

Eng. de Minas pela EPUSP, Mestre e Doutora em
Engenharia Mineral pela EPUSP
Professora do Departamento de Engenharia de Minas e
de Petróleo da Escola Politécnica da USP

Francis F. Pitard

Ph.D, Francis Pitard Sampling Consultants
Broomfield, Colorado, EUA

INTRODUÇÃO

O tema Amostragem foi descrito e discutido em diversos livros e artigos científicos de todo o mundo, com abordagens puramente estatísticas, puramente empíricas ou uma mistura das duas. Este capítulo apresenta a teoria da amostragem de Pierre Gy – também chamada de **TOS** (*Theory of Sampling*) – e inclui contribuições recentes da comunidade mundial de amostragem. O leitor pode se perguntar o porquê da escolha da teoria de Gy, o que pode ser parcialmente respondido pelo estatístico Bilonick (1986): “está claro que a teoria de Gy vai muito além de simplesmente apresentar um método correto de estimar a precisão de um processo de amostragem de material particulado. A teoria organiza todas as facetas da amostragem: como são gerados os erros, como eles podem ser eliminados e reduzidos, e como o erro residual pode ser estimado”. O mesmo autor conclui que a teoria de Pierre Gy é a única teoria de amostragem geral, completa e compreensível.

Pierre Gy (1924-2015) publicou 9 livros, 175 artigos e ministrou mais de 200 palestras, cursos e workshops (ESBENSEN, 2016). Em 1967 ele publicou o primeiro volume de seu livro sobre amostragem de minérios a granel (*L'Echantillonnage des Minerais en Vrac*) e o segundo volume em 1971. Somente em 1979 ele publicou uma edição em inglês (*Sampling of Particulate Materials – Theory and Practice*). Os livros de Gy são conhecidos por ser de difícil compreensão, especialmente para aqueles que devem resolver problemas práticos de amostragem no dia-a-dia. Por este motivo, o Dr. Francis Pitard decidiu compilar os livros de Gy – incluindo o mais novo publicado em 1988 (*Hétérogénéité, Echantillonnage, Homogénéisation*) – em seu livro de 1993 (*Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice – Heterogeneity, Sampling Correctness and Statistical Process Control*), no qual este capítulo está em grande parte baseado.

Visto que seria impossível incluir neste capítulo todo o conteúdo de um livro de quase 500 páginas, recomenda-se que o leitor consulte os livros originais do Dr. Pitard e do Dr. Gy sempre que surgir uma dúvida ou quiser se aprofundar em determinado assunto.

DEFINIÇÃO DE TERMOS E SÍMBOLOS

A diversos termos fundamentais da Amostragem e da Estatística foram dadas diferentes definições por diferentes autores ao longo dos anos e, portanto, é necessário apresentar, antes de tudo, as definições dos principais termos e símbolos usados na teoria da amostragem. Para os termos mais importantes e para aqueles dos quais a definição é controversa, estenderemos a discussão de um modo que o leitor possa conduzir seu estudo de uma forma clara, inequívoca e confortável. As siglas dos erros e os índices originários de palavras em inglês foram mantidos para que o leitor possa compreender os livros originais e os artigos publicados sobre a teoria da amostragem.

Acurácia: a definição de acurácia é frequentemente controversa ou confundida com a definição de precisão. Consequentemente, as definições dadas por alguns dicionários (especialmente os dicionários *online*) são enganadoras, confusas e incorretas. A palavra em inglês *accuracy* muitas vezes é traduzida por “acuracidade”, “precisão” ou “exatidão”. A primeira palavra não existe na Língua Portuguesa; a segunda é tradução incorreta e a terceira é tradução não acurada! No contexto estatístico, acurácia de uma medida se refere à proximidade da medida relativamente ao valor verdadeiro da variável; precisão se refere à proximidade entre os valores obtidos pela repetição do processo de mensuração; exatidão se refere à correção, perfeição ou ausência de erro em uma medida ou cálculo. Em Física, acurácia constitui a propriedade de uma medida de grandeza obtida por meio de instrumentos e processos isentos de erros sistemáticos. No que diz respeito à Amostragem, o viés de amostragem é definido como a média do erro de amostragem (também chamado de erro de seleção da amostra ou *Sample Selection Error, SSE*), m_{SSE} , e uma amostra é considerada acurada quando o valor absoluto do viés $|m_{SSE}|$ é menor que um certo padrão de acurácia, m_{SSE_0} , o qual é considerado aceitável para um determinado objetivo. Acurácia é exclusivamente uma propriedade da média de um erro. É importante diferenciar uma amostra acurada de uma amostra não-enviesada. Amostras são consideradas não-enviesadas quando a média do erro de seleção m_{SSE} é igual a zero. No entanto, mesmo quando a amostragem é conduzida de maneira ideal, o viés nunca é igual a zero devido às características dos materiais naturais. Devemos, portanto, evitar o uso de ‘amostras não-enviesadas’ e sempre dar preferência a ‘amostras acuradas’.

Amostra: uma amostra **S** é parte do lote **L** e é obtida pela reunião de incrementos destinados a representar o lote nas operações subsequentes. Uma amostra não é simplesmente uma parte do lote: sua posição, delimitação e extração devem respeitar as regras estabelecidas pela teoria da amostragem. Um processo de amostragem é normalmente realizado em estágios progressivos: a amostra primária é extraída do lote, em seguida a amostra secundária é extraída da amostra primária, e assim por diante.

Desvio padrão: o desvio padrão σ_x de uma população mede a dispersão dos valores ao redor da média da mesma população; é a raiz quadrada da variância σ_x^2 da população de uma distribuição de x_i valores. O desvio padrão amostral s_x é a raiz quadrada da variância amostral s_x^2 . É comum usar letras gregas quando a estatística se refere à população e letras romanas ou latinas quando se refere às amostras.

Desvio padrão relativo: é o coeficiente de variação, definido como a razão entre o desvio padrão de um conjunto de valores e a média aritmética do mesmo conjunto de valores.

$$\sigma_R = \frac{\sigma}{\mu} \text{ (população)} \quad \text{ou} \quad s_R = \frac{s}{m} = \frac{s}{x} \text{ (amostra)} \quad [1]$$

Erro: visto que as características das amostras e dos lotes dos quais elas são retiradas não são estritamente iguais, sempre existirão erros em qualquer processo de estimação. A qualidade de um método de amostragem pode ser estimada pela magnitude dos erros de amostragem envolvidos no processo. É de essencial importância discriminar individualmente cada erro de amostragem, pois esta é a chave para uma compreensão correta da teoria da amostragem. Vale salientar que as palavras ‘incerteza’ e ‘erro’ são constantemente usadas sem uma visão clara da diferença sutil entre as duas (PITARD, 2009a), portanto, é importante citar a seguinte afirmação de Gy (1967): “excetuando-se os materiais homogêneos, que existem apenas em teoria, a amostragem de materiais particulados é sempre uma operação aleatória. Há sempre uma incerteza, independentemente de quão pequena ela seja, entre o teor verdadeiro e desconhecido a_L do lote L e o teor verdadeiro e desconhecido a_s da amostra S . Existe uma dificuldade quanto ao uso dos vocábulos que deve ser mencionada: apesar de a palavra ‘erro’ indicar algo que poderia ter sido evitado, tradicionalmente ela foi estabelecida para o uso comum, enquanto os estatísticos preferem usar a palavra ‘incerteza’, a qual não indica nenhuma responsabilidade. Entretanto, na prática, como demonstra a teoria da amostragem, existem tanto incertezas quanto erros de amostragem. Os erros de amostragem podem ser facilmente minimizados de maneira preventiva, enquanto as incertezas são inevitáveis. Visando facilitar o entendimento e pelo fato de a palavra ‘incerteza’ não ser suficientemente forte, a palavra ‘erro’ foi escolhida para uso na teoria da amostragem, sendo claro que ela não necessariamente indica culpabilidade”.

Erro de seleção da amostra ou erro de amostragem: o erro relativo de amostragem SSE ocorre quando o teor verdadeiro e desconhecido do lote a_L é substituído por seu estimador a_s . Assim, por definição:

$$SSE = \frac{a_s - a_L}{a_L} \quad [2]$$

O erro de amostragem não deve ser confundido com os erros de preparação, os quais não têm relação alguma com o processo de seleção.

Espécime: parte do lote obtida em processo não-probabilístico, sem respeitar as regras de delimitação e extração corretas da amostra. Nunca se deve usar um espécime para representar um lote, nem se deve chamar um espécime de amostra.

Estágio de amostragem: processo de seleção realizado em um lote ou em uma amostra visando reduzir sua massa sem alterar suas demais características críticas.

Estimativa: o resultado a_s , obtido por meio da análise química de uma amostra para um determinado constituinte de interesse é uma estimativa do teor verdadeiro e desconhecido a_s da amostra para o mesmo constituinte. O resultado a_s , sofre a influência de diversos erros, não existindo medições ou análises exatas.

Estimador: por definição, o teor verdadeiro a_s de uma amostra é um estimador do teor verdadeiro a_L do lote correspondente. Seguindo a lógica, a estimativa a_s , pode ser escolhida para representar o teor verdadeiro e desconhecido a_s de uma amostra e o teor verdadeiro e desconhecido a_L de um lote. Em outras palavras, a_s , é um estimador do teor verdadeiro a_L do lote correspondente. Vale salientar que, apesar do uso da palavra ‘teor’, a_L é adimensional e relativo, representando o ‘conteúdo crítico’ ou ‘conteúdo de interesse’ do lote L :

$$\text{Conteúdo crítico } a_L = \frac{\text{massa do componente de interesse no lote } L}{\text{massa de todos os componentes no lote } L} \quad [3]$$

O termo **a** na teoria da amostragem se refere ao teor ou conteúdo relativo, expresso sempre como uma proporção ou número decimal e nunca em %, g/t ou ppm.

Fragmento: parte fragmentada de um sólido que forma uma unidade compacta pertencente ao lote. Durante o processo de seleção, esta unidade é considerada indivisível. Para fragmentos menores, a palavra ‘partícula’ pode ser usada; entretanto, ambas as palavras têm o mesmo significado independentemente do tamanho do fragmento.

Heterogeneidade: é de extrema importância apresentar uma definição clara de heterogeneidade e é por isto que este tema será abordado detalhadamente mais adiante. Homogeneidade é definida como a condição de um lote no qual todos os elementos são idênticos. Heterogeneidade, por sua vez, é definida como a condição de um lote no qual os elementos não são estritamente idênticos. Consequentemente, homogeneidade é a condição inatingível de zero heterogeneidade e, portanto, todo material particulado é necessariamente heterogêneo.

Incremento: um incremento **I** é um grupo de partículas extraído do lote **L** em uma única operação executada por um dispositivo de amostragem. É importante distinguir um incremento de uma amostra, a qual é obtida pela reunião de diversos incrementos.

Lote: um lote **L** é uma quantidade de material da qual incrementos e amostras são selecionados. Um lote de material deve ter limites bem definidos, por exemplo: o conteúdo de um saco plástico, de um caminhão, de um vagão, de um navio, etc. Amostras são selecionadas para estimar o conteúdo dos constituintes de interesse presentes no lote.

Média: as palavras em inglês *mean* e *average* são sinônimos do valor numérico obtido pela divisão da soma de x_i valores de medidas pelo número total **N** de medidas. Apesar de sinônimos, usa-se *mean* para populações infinitas ou muito grandes e μ_x para a média verdadeira e desconhecida da distribuição de uma variável aleatória **x**. O termo *average* é reservado à estimativa experimental de μ_x e denotado como m_x ou \bar{x} .

Precisão: este termo é usado para descrever a reprodutibilidade de estimativas. Uma estimativa é precisa ou reproduzível quando a variância do erro de seleção da amostra s^2_{SSE} é menor que um determinado padrão de precisão $s^2_{SSE_0}$ considerado aceitável para um dado objetivo. Precisão é exclusivamente uma propriedade da variância de um erro. 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.

Protocolo de amostragem: é um registro apresentado como um fluxograma contendo todos os estágios de amostragem e preparação de amostras. Inicia-se com a extração da amostra primária e segue com os estágios de preparação até a obtenção da amostra analítica, usada para estimar o teor verdadeiro e desconhecido a_L do lote.

Representatividade: o grau de representatividade r^2_{SSE} é o erro quadrático médio do erro de seleção da amostra **SSE**, o qual é a soma do quadrado da média m_{SSE} e da variância s^2_{SSE} do erro de seleção:

$$r^2_{SSE} = m^2_{SSE} + s^2_{SSE} \quad [4]$$

Em um processo de amostragem, para que a amostra seja representativa da população de onde foi retirada, ela deve apresentar as mesmas características desta população no que diz respeito à(s) variável(is) estudada(s) (COSTA NETO, 2002), a não ser por pequenas discrepâncias inerentes à aleatoriedade sempre presente nos materiais naturais.

Seleção correta: o método de amostragem é dito correto quando todos os elementos do lote possuem a mesma probabilidade de serem amostrados.

$$\text{Probabilidade correta de seleção} = P = \text{constante} \quad [5]$$

Além disso, o método de amostragem é correto quando todos os elementos que não pertencem ao lote a ser amostrado têm probabilidade zero de seleção.

Seleção exata: para que o erro de seleção seja idêntico a zero, a média e a variância devem ser ambas iguais a zero e, conseqüentemente, uma seleção exata é caracterizada por uma média perfeitamente reproduzível e não-enviesada. Uma seleção exata é, portanto, inatingível.

Seleção incorreta: quando uma das duas condições necessárias a uma seleção correta não for satisfeita, tem-se uma seleção incorreta (ver definição de seleção correta).

Seleção intencional: uma seleção é dita intencional quando é fundamentada na decisão do operador de amostragem em escolher quais unidades do lote devem fazer parte da amostra. Este tipo de seleção é frequentemente usado por funcionários de órgãos de regulamentação ambiental para cumprir um determinado propósito. Uma amostra intencional nada mais é que um espécime e deve ser chamada de tal.

Seleção probabilística: uma seleção é dita probabilística quando todas as unidades do lote têm probabilidade diferente de zero de pertencer à amostra, devendo haver necessariamente a intervenção de um elemento aleatório. Uma seleção probabilística pode ser correta ou incorreta. Ela é correta quando a probabilidade de seleção é uniformemente distribuída entre todas as unidades do lote e é nula para as unidades que não pertencem ao lote. Ela é incorreta quando uma dessas condições não é satisfeita. Uma seleção é chamada de não-probabilística quando não dá chance de seleção a todas as unidades do lote.

Unidade: um elemento de um conjunto discreto, como, por exemplo, um fragmento de uma pilha de minério britado.

Variância: é o quadrado do desvio padrão e o parâmetro mais comum usado por estatísticos devido à sua propriedade de adição. É importante lembrar sempre que não se somam desvios padrão, mas somente variâncias. σ^2 representa a variância de populações e s^2 representa a variância de amostras. Deve-se também especificar o tipo de variância a que nos referimos:

- variância tolerada s_0^2 : variância da distribuição de n valores imaginários x_i , considerada aceitável, por exemplo, para o cálculo da massa mínima de amostra;
- variância estimada s^2 : variância calculada a partir de uma série limitada de N valores x_i ($i = 1, 2, 3, \dots, N$);
- variância verdadeira e desconhecida σ^2 : temos acesso somente ao estimador s^2 de σ^2 . Devemos distinguir s , um estimador estatístico, de σ , um parâmetro desconhecido de distribuição de probabilidade;
- variância relativa: esta variância é definida por σ_x^2/μ_x^2 para populações e por s_x^2/m_x^2 para amostras. Pelo fato de ser adimensional, seu uso facilita comparações entre diferentes experimentos.

Viés: também chamado de vício, tendenciosidade ou enviesamento, é igual à média do erro de seleção da amostra m_{SSE} quando esta média é diferente de zero. O viés relativo de amostragem associado ao estimador a_s do teor verdadeiro e desconhecido a_L de um lote L pode ser definido como:

$$B_{a_s} = m_{SSE} = \frac{m_{a_s} - a_L}{a_L} \quad [6]$$

onde m_{as} é a média dos teores das amostras selecionadas de um lote L .

O QUE É UMA AMOSTRA REPRESENTATIVA?

Amostragem pode ser definida como um ato ou processo de seleção de amostra que se considera representar o todo (ou lote **L** na teoria da amostragem). Ou seja, dentro do conceito de amostragem está o conceito de representatividade e, portanto, uma amostra deve necessariamente ser representativa e, se não o for, não deve ser chamada de amostra, mas de espécime (ver definição no item anterior).

Entretanto, uma amostra, mesmo considerada representativa, dificilmente apresentará características idênticas àsquelas do material de onde foi retirada. Isto se deve aos erros que surgem no decorrer das operações de amostragem. Todos esses erros resultam, unicamente, da existência de heterogeneidade no lote, dividida em duas categorias: a heterogeneidade de constituição e a heterogeneidade de distribuição.

Antes de conhecermos os erros envolvidos em qualquer processo de estimativa e entendermos o que é uma amostra representativa, vamos discutir dois conceitos importantes: os diferentes tipos de heterogeneidade e os diferentes tipos de erro.

Heterogeneidade de Constituição e Heterogeneidade de Distribuição

A diferença entre homogeneidade e heterogeneidade é quantitativa: homogeneidade é a condição inatingível de heterogeneidade zero, ou seja, é um caso limite da heterogeneidade. Portanto, no tratamento de materiais naturais, devemos esquecer a palavra homogeneidade e aceitar a hipótese de que estamos lidando somente com a heterogeneidade, a qual, segundo Gy (1998), é vista como a única fonte de todos os erros de amostragem.

A heterogeneidade de constituição é o tipo de heterogeneidade com a qual nos defrontamos quando consideramos as propriedades fundamentais dos fragmentos de um lote, observando-os um a um. Por definição, o valor zero de heterogeneidade de constituição seria um lote constituído por fragmentos idênticos em forma, tamanho, densidade, constituição mineralógica, etc. Portanto, a heterogeneidade de constituição relativa aos fragmentos de um lote, a um determinado grau de cominuição, é uma propriedade intrínseca do lote e não pode variar, a não ser que seja realizada outra etapa de cominuição. Misturas ou homogeneizações não têm influência na heterogeneidade de constituição. Uma amostra **S** selecionada de um lote **L** é influenciada por um erro especificamente relacionado à heterogeneidade de constituição do mesmo lote. Este erro é chamado de erro fundamental de amostragem (**FSE**) e, como veremos adiante, o erro fundamental é o único erro que nunca vale zero.

A heterogeneidade de distribuição é o tipo de heterogeneidade com a qual nos defrontamos quando consideramos um lote como uma série de grupos, cada um deles constituído por um certo número de fragmentos vizinhos. Por definição, dizemos que um lote possui uma distribuição homogênea quando todos os grupos ou subséries de

fragmentos têm a mesma composição média. Caso isto não ocorra, então o lote possui uma distribuição heterogênea. A heterogeneidade de distribuição depende da heterogeneidade de constituição, da distribuição espacial dos fragmentos e da forma do lote. A forma do lote é um fator muito importante, visto que a heterogeneidade de um lote é muito influenciada pelas forças gravitacionais atuantes. Uma amostra **S** selecionada de um lote **L** é influenciada por um erro especificamente relacionado à heterogeneidade de distribuição do mesmo lote. Este erro é chamado de erro de segregação e agrupamento (**GSE**).

Erros Aleatórios e Erros Sistemáticos

Com a exceção dos erros acidentais ou grosseiros, que afetam a integridade da amostra, todos os outros erros de amostragem são variáveis aleatórias, caracterizadas por uma dada média (diferente ou não de zero) e uma dada variância (diferente de zero). Quando falamos sobre erros aleatórios (média igual a zero e variância diferente de zero) e sobre erros sistemáticos (média diferente de zero e variância igual a zero) é apenas por conveniência. Na realidade, todos os erros têm dois componentes: um componente aleatório caracterizado unicamente pela variância e um componente não-aleatório caracterizado unicamente pela média.

De fato, a variância e a média de um erro são fisicamente complementares, mesmo sendo propriedades diferentes. Desta maneira, quando diversas variáveis aleatórias são independentes em probabilidade, elas também são cumulativas, o que justifica escrever as seguintes relações:

Se os erros ocorrem separadamente:

$$TSE = E1 + E2 + E3 + \dots$$

onde **TSE** é o erro total de amostragem e **Ei** são os erros envolvidos no processo.

Para a média desses erros:

$$m_{TSE} = m_{E1} + m_{E2} + m_{E3} + \dots$$

Para a variância desses erros:

$$s_{TSE}^2 = s_{E1}^2 + s_{E2}^2 + s_{E3}^2 + \dots$$

Ou seja, o efeito dos erros sobre o resultado da amostragem é cumulativo.

O erro sistemático de amostragem pode ser evitado se as seguintes condições forem satisfeitas:

- todo o lote deve ser acessível ao amostrador, de modo que exista, para cada fragmento do lote, uma chance idêntica de fazer parte da amostra;
- o plano de amostragem deve ser imparcial, de modo que exista, para cada fragmento do lote, uma chance idêntica de fazer parte da amostra;
- a distribuição de teores a_s das amostras deve obedecer a uma distribuição normal, o que é uma hipótese otimista no caso de elementos-traço e minérios de baixo teor.

Em relação ao último item, vale observar que, se temos disponível uma grande quantidade de dados, a média estimada a partir de uma distribuição de Poisson será um estimador não-enviesado da média real a_L do lote, assumindo que o procedimento de amostragem tenha sido feito corretamente. Entretanto, quando a heterogeneidade de constituição é elevada e poucos dados estão disponíveis, a média tende a se afastar da média verdadeira em direção à moda da distribuição e, quanto menor a quantidade de dados, maior essa tendência.

Representatividade

Um processo de amostragem é dito representativo quando o erro quadrático médio do erro de seleção da amostra r_{SSE}^2 , i.e., a soma de m_{SSE}^2 com s_{SSE}^2 , é menor que um dado valor padrão de representatividade $r_{SSE_0}^2$ considerado aceitável. Ou seja, um processo de amostragem é dito representativo quando ele é preciso o suficiente e acurado o suficiente para um determinado objetivo.

$$r_{SSE}^2 = m_{SSE}^2 + s_{SSE}^2 \leq r_{SSE_0}^2 \quad [7]$$

Agora fica claro que, quando falamos sobre um dado erro e , devemos nos referir ao erro quadrático médio r_e^2 , que inclui sua variância s_e^2 e o quadrado de sua média m_e^2 ou viés.

$$r_e^2 = m_e^2 + s_e^2 \quad [8]$$

A Figura 1 ilustra os conceitos de precisão, acurácia e representatividade, discutidas no início do capítulo.

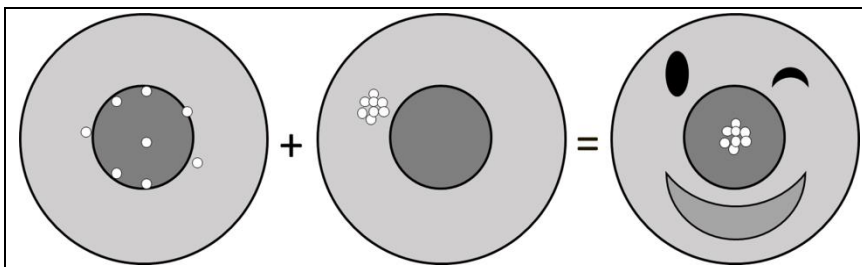


Figura 1. Conceito ilustrativo de representatividade: acurácia + precisão = representatividade.

Para compreender o conceito de representatividade de uma amostra apresentado anteriormente deve-se, primeiramente, atentar ao fato de que um processo de amostragem acurado é um processo que não gera viés. Infelizmente, mesmo sendo fácil demonstrar a existência de enviesamento (i.e. de um erro sistemático) quando ele ocorre, é teoricamente impossível demonstrar a sua ausência. Existem experimentos chamados de ‘testes de viés’ desenvolvidos e apresentados em normas técnicas para estimar o valor do viés, entretanto, muitos especialistas condenam esses testes pelo fato de que, dependendo de como o experimento é realizado, pode-se facilmente introduzir um viés onde não existe nenhum. Como o risco de enviesamento é inaceitável, devemos utilizar somente equipamentos e procedimentos de amostragem corretos. Qualquer amostrador ou procedimento julgado incorreto deve ser evitado, pois, nestes casos, não se pode garantir o não-enviesamento das amostras e, conseqüentemente, sua representatividade.

Outro conceito importante é o de ‘correção’ da amostragem ou ‘equiprobabilidade’. Um processo de amostragem é considerado correto quando qualquer fragmento pertencente ao lote a ser amostrado possui a mesma probabilidade de seleção que qualquer outro, e qualquer fragmento que não pertence ao lote possui probabilidade zero de seleção. Esta condição garante a acurácia do processo, visto que qualquer enviesamento irá anulá-la (FRANÇOIS-BONGARÇON & GY, 2002). A acurácia de um processo de amostragem depende de diversos fatores, tais como a heterogeneidade do material a ser amostrado e a própria correção do processo de seleção. Um processo correto de amostragem é sempre acurado; entretanto, um processo incorreto de amostragem pode ser circunstancialmente acurado em um determinado momento, enviesado em uma direção em outro momento e enviesado em outra direção em outro momento. Correção é uma propriedade estrutural do processo de seleção, sobre a qual temos controle. Acurácia é uma propriedade circunstancial do processo de seleção, sobre a qual não temos controle. Portanto, deve-se garantir a correção de protocolos de amostragem, mas nunca controlar sua acurácia.

Fica possível, então, formalizar o conceito de representatividade de uma amostra. Uma amostra é representativa se as duas seguintes condições forem satisfeitas:

- o processo de amostragem é suficientemente acurado (correto): $m_{SSE} \approx 0$;
- o processo de amostragem é suficientemente preciso (reproduzível): $s^2_{SSE} < s^2_{SSE_0}$.

Nestas condições, se uma amostra é correta e reproduzível, isto automaticamente a qualifica como representativa.

A TEORIA DA AMOSTRAGEM DE PIERRE GY

Segundo Gy (1998), o único objetivo da amostragem é reduzir a massa de um lote **L** até a massa adequada a um determinado objetivo sem inserir mudanças significativas em suas outras propriedades. As amostras geralmente são constituídas por uma série de frações, ou incrementos, retirados do universo, ou lote **L**, a instantes diferentes. O universo é o conjunto de todos os resultados possíveis de uma dada variável aleatória, e a amostra é um conjunto reduzido de observações tomadas desse universo.

Uma amostra dificilmente apresentará características idênticas àquelas do material de onde foi selecionada. Isto se deve aos erros que surgem no decorrer das operações de amostragem. O objetivo da teoria da amostragem de Pierre Gy é controlar esses erros, analisando suas propriedades em função do processo de seleção de amostras e do material amostrado, e indicando os equipamentos e os procedimentos que permitam eliminar os erros possíveis de ser eliminados (erros sistemáticos) e minimizar os demais erros (erros aleatórios).

Vale salientar que os nomes dos erros de amostragem foram traduzidos para o português, entretanto, as notações foram mantidas como as usadas em inglês na teoria da amostragem de Pierre Gy (GY, 1967, 1979, 1992, 1998; PITARD, 1993), alteradas ao longo dos últimos anos com o consentimento de seu fundador, conforme Tabela 1.

Tabela 1. Antigas e novas notações para os erros de amostragem (PITARD, 2009a; 2009b).

Nome do Erro	Antiga Notação	Nova Notação
Erro Global de Estimativa (<i>Overall Estimation Error</i>)	OE	OEE
Erro Total de Amostragem (<i>Total Sampling Error</i>)	TE	TSE
Erro Fundamental de Amostragem (<i>Fundamental Sampling Error</i>)	FE	FSE
Erro de Segregação e Agrupamento (<i>Grouping and Segregation Error</i>)	GE	GSE
Erro de Flutuação de Heterogeneidade (<i>Heterogeneity Fluctuation Error</i>)	CE/IE/PSE	HFE
Erro de Flutuação de Qualidade (<i>Quality Fluctuation Error</i>)	QE	QFE
Erro de Ponderação do Incremento (<i>Increment Weighting Error</i>)	WE	IWE
Erro de Materialização do Incremento (<i>Increment Materialization Error</i>)	ME	IME
Erro de Delimitação do Incremento (<i>Increment Delimitation Error</i>)	DE	IDE
Erro de Extração do Incremento (<i>Increment Extraction Error</i>)	EE	IEE
Erro de Preparação do Incremento (<i>Increment Preparation Error</i>)	PE	IPE
Efeito Pepita <i>In Situ</i> (<i>In Situ Nugget Effect</i>)	NE	INE

Os Erros de Amostragem

O processo de estimativa envolve três estágios: (1) amostragem primária ou seleção da amostra; (2) amostragem secundária ou preparação da amostra e (3) análise química da amostra. Todos os estágios são geradores de erros que, caracterizados por sua variância, podem ser somados de modo a se obter o erro global de estimativa (**OEE**).

Os próximos itens detalham os erros propostos na teoria da amostragem de Pierre Gy, conforme Figura 2. Dos componentes do erro total de amostragem, os erros sistemáticos estão representados na cor cinza claro e os erros aleatórios – ou associados à variabilidade intrínseca do material – estão representados na cor cinza escuro. Esta figura servirá de guia para consulta enquanto avançamos no texto.

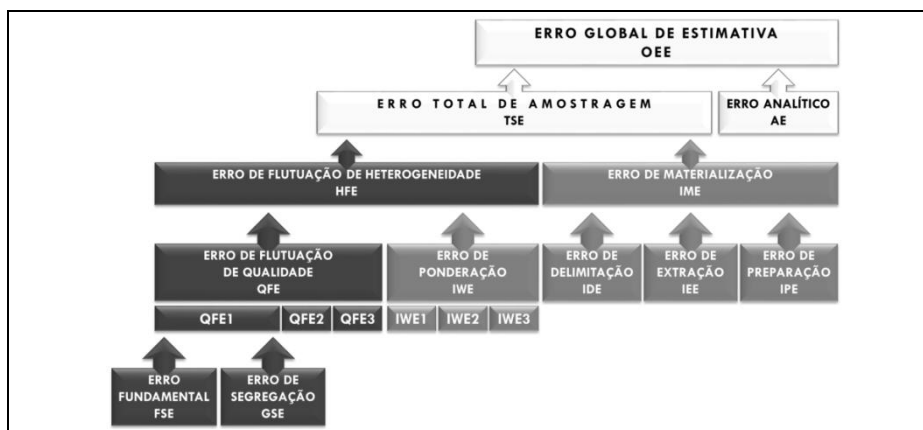


Figura 2. Representação dos componentes do erro global de estimativa (modificado de PITARD, 2010a).

Erro Fundamental de Amostragem (FSE)

Quando uma amostra de massa M_s é selecionada aleatoriamente, fragmento por fragmento com a mesma probabilidade, a partir de um lote de material fragmentado de massa M_L , surge um erro de amostragem entre o teor real (e desconhecido) do lote e o teor da amostra selecionada. Este erro é o menor erro existente para uma amostra selecionada em condições ideais, e por isto é chamado de erro fundamental de amostragem. Nessas condições ideais, que nunca ocorrem na prática, assume-se que cada fragmento tem a mesma probabilidade de seleção que qualquer outro e, ainda, que cada fragmento é selecionado independentemente dos outros, ou seja, um por um, sequencialmente (FRANÇOIS-BONGARÇON & GY, 2002).

Geralmente esse erro tem uma média insignificante e é caracterizado por sua variância, calculada relativamente ao teor real do lote, utilizando-se uma fórmula muito conhecida, chamada ‘fórmula de Gy’:

$$RV_{FSE} = s_{FSE}^2 = c f g l d^3 \left(\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right) \quad [9]$$

onde RV_{FSE} ou s^2_{FSE} é a variância relativa do erro fundamental de amostragem; d é o tamanho máximo dos fragmentos; c , f , g e l são fatores que podem ser calculados ou obtidos experimentalmente. Esta fórmula permite o cálculo da massa mínima de amostra (M_{smin}) para uma determinada variância relativa máxima (s^2_{FSEmax}). Note-se que a fórmula de Gy se refere à variância relativa e, portanto, sua raiz quadrada resulta no desvio padrão relativo. O sistema de unidades utilizado na teoria da amostragem é o CGS e, portanto, d é dado em centímetros e M em gramas. Os teores para o cálculo dos fatores a seguir são adimensionais e, portanto, são expressos como proporções ou números decimais.

O tamanho máximo dos fragmentos refere-se à abertura da malha quadrada que retém 5% do material, ou seja, o d_{95} . Os outros fatores da fórmula de Gy podem ser admitidos ou calculados da seguinte maneira:

Fator forma (f): o fator forma pode ser definido como um fator de cubicidade e vale 1 (um) quando todos os fragmentos são cubos perfeitos:

$f = 0,1$ para minerais laminares (mica, biotita, scheelita, etc.);

$f = 0,2$ para materiais moles e submetidos a tensões mecânicas, como pepitas de ouro;

$f \approx 0,5$ para a maioria dos minerais, sendo especificamente para: carvão = 0,446; minério de ferro = 0,495 a 0,514; pirita = 0,470 e cassiterita = 0,530 (GY, 1967);

$f = 0,523$ para fragmentos esféricos;

$1 < f < 10$ para minerais aciculares (turmalina, asbestos, serpentina, etc.).

Fator granulometria (g): o fator granulometria leva em consideração a variação dos tamanhos dos fragmentos no interior de um lote e vale 1 (um) se o material for perfeitamente calibrado, o que raramente ocorre:

$g = 0,25$ para materiais não calibrados (exemplo: produto de um britador);

$g = 0,55$ para materiais calibrados (exemplo: fração resultante do peneiramento entre duas malhas);

$g = 0,75$ para materiais naturalmente calibrados (exemplos: cereais e grãos como feijão, arroz, aveia, etc.).

Fator liberação (l): o fator liberação varia de 0 (zero) – para materiais perfeitamente homogêneos (quando não há liberação) – a 1 (um) – quando o mineral de interesse está completamente liberado. O fator liberação pode ser calculado utilizando-se uma das duas equações a seguir:

$$l = \frac{a_{max} - a_l}{1 - a_l} \quad [10]$$

$$I = \left(\frac{d_i}{d} \right)^x \quad \text{para } d_i < d < 100 d_i; \text{ se } d \leq d_i, \text{ então } I = 1 \quad [11]$$

onde a_{\max} é o teor máximo, em decimal, dos fragmentos maiores; a_L é o teor médio, em decimal, do mineral de interesse no lote (admite-se que a_L não varia entre as frações granulométricas); d é o diâmetro máximo dos fragmentos, d_i é o diâmetro de liberação (tamanho até o qual 95% do material deve ser cominuído para liberar pelo menos 85% do constituinte de interesse) e x é um fator que pode ser estimado pelo mineralogista, analisando-se várias seções polidas do material. Não havendo estimativa de x , uma regra geral é usar $x = 0,5$. Vale salientar que a Equação 10 possui uma derivação teórica lógica, entretanto, a Equação 11 é totalmente empírica e limitada, não sendo recomendável utilizá-la sem se basear em uma análise mineralógica prévia.

Há diversas maneiras de se calcular o fator liberação, o qual, se negligenciado, pode levar a recomendações enganosas do protocolo ótimo de amostragem. Devido à dificuldade de se estimar este fator, é prática comum atribuir-lhe um valor conforme o grau de heterogeneidade do material:

$I = 0,05$ para materiais muito homogêneos;

$I = 0,1$ para materiais homogêneos;

$I = 0,2$ para materiais medianos;

$I = 0,4$ para materiais heterogêneos;

$I = 0,8$ para materiais muito heterogêneos.

Fator constituição mineralógica (c): o fator constituição mineralógica pode ser definido como:

$$c = \rho_M \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} + \rho_g (1 - a_L) \quad [12]$$

No entanto, na maioria dos casos práticos, o cálculo de c pode ser simplificado:

$$c = \frac{\rho_M}{a_L} \quad \text{se } a_L < 10\% \quad [13]$$

$$c = \rho_g (1 - a_L) \quad \text{se } a_L > 90\% \quad [14]$$

onde ρ_M é a densidade do mineral de interesse; ρ_g é a densidade média dos minerais de ganga e a_L é o teor do mineral de interesse (e não do elemento de interesse!) no lote, expresso como uma proporção ou número decimal.

O modelo aqui apresentado é equivalente ao ‘modelo equiprovável’ de 1951-1953 de Pierre Gy, quando foi mostrado que, entre todos os componentes do erro total de amostragem **TSE**, o erro fundamental de amostragem **FSE** é o único que não pode ser reduzido a zero, mesmo que sejam aceitas as hipóteses mais favoráveis. O erro

fundamental é, portanto, o erro de amostragem mínimo, irredutível e, assim, justifica o seu nome.

Erro de Segregação e Agrupamento (GSE)

Sabemos que o erro fundamental é o erro mínimo gerado ao se selecionar uma amostra de um determinado lote. No entanto, o mínimo somente é alcançado sob uma condição estatística: os fragmentos da amostra devem ser selecionados aleatoriamente, um a um, e na prática isto nunca acontece.

Como alternativa à seleção de fragmentos individuais, são selecionados incrementos sucessivos de um determinado tamanho, ou seja, pequenas subamostras. Portanto, estatisticamente falando, uma amostra não é composta estritamente por fragmentos aleatórios, mas por grupos aleatórios de fragmentos. Neste caso, a reprodutibilidade da amostra passa a ser sensível a outro tipo de heterogeneidade que não influencia a amostragem fragmento por fragmento: a heterogeneidade de distribuição.

A heterogeneidade de distribuição de um lote de material particulado é a consequência lógica de variações aleatórias de constituição entre fragmentos vizinhos. Essas variações, ou flutuações, geram o erro fundamental de amostragem **FSE**, mas também dão às forças gravitacionais uma oportunidade de realizar rearranjos entre os fragmentos, segregando famílias de fragmentos de acordo com sua constituição. Quanto maior a diferença de constituição (composição, forma, tamanho, densidade, etc.), maior a possibilidade de segregação. Este tipo de heterogeneidade diminui a reprodutibilidade da amostra e aumenta sua variância. Consequentemente estamos acrescentando um erro a esta seleção e, quanto maior o grupo, maior esse erro. Esse erro é definido como erro de segregação e agrupamento, **GSE**.

Felizmente, comprovou-se matematicamente que esse componente de variância adicional é inversamente proporcional ao número de incrementos utilizados para compor a amostra e, se a amostra for composta por pelo menos 10 incrementos aleatórios, o erro de segregação e agrupamento será menor ou igual ao erro fundamental de amostragem (PITARD, 1993). Dois fatores são responsáveis pelo erro de amostragem introduzido pela heterogeneidade de distribuição: (1) o fator de segregação, **Z**, que é uma medida dos rearranjos espaciais, e (2) o fator de agrupamento, **Y**, que é uma medida da seletividade aleatória. O erro de segregação e agrupamento pode ser calculado conforme equação a seguir (PITARD, 2014a).

$$s_{GSE}^2 \leq s_{FSE}^2 = YZs_{FSE}^2 \quad [15]$$

Erros de Ponderação do Incremento (IWE) e de Flutuação de Qualidade (QFE)

O erro de flutuação de heterogeneidade (apresentado a seguir) é gerado pela soma do o erro de flutuação de qualidade (QFE) com erro de flutuação de quantidade ou erro de ponderação do incremento (IWE).

Levando em consideração as flutuações do conteúdo crítico **a** como uma função do tempo **t**, **QFE** pode ser estimado pelo estudo das propriedades da função qualidade **a(t)**. Levando em consideração as flutuações da vazão **q** dos componentes do fluxo como uma função do tempo **t**, **IWE** pode ser estimado pelo estudo das propriedades da função quantidade **q(t)**.

Tanto **IWE** como **QFE** possuem três componentes de heterogeneidade, onde o índice 1 representa o componente aleatório (curto prazo), o índice 2 representa o componente não-aleatório (longo prazo) e o índice 3 representa o componente periódico do erro:

$$\text{IWE} = \text{IWE}_1 + \text{IWE}_2 + \text{IWE}_3 \quad [16]$$

$$\text{QFE} = \text{QFE}_1 + \text{QFE}_2 + \text{QFE}_3 \quad [17]$$

onde:

$$\text{QFE}_1 = \text{FSE} + \text{GSE} \quad [18]$$

Um sistema de amostragem correto deve ser razoavelmente proporcional. Por exemplo, a massa de cada incremento selecionado por um amostrador corta-fluxo deve ser proporcional à vazão mássica naquele instante. Um desvio excessivo na proporcionalidade leva ao enviesamento. Se o sistema de amostragem não for proporcional, **IWE** provavelmente terá um valor significativo. Se o sistema de amostragem for proporcional, **IWE** será desprezível. Portanto, é importante regular as vazões de modo que o erro de ponderação permaneça desprezível durante a etapa de materialização do incremento.

As versões iniciais da teoria da amostragem descreviam as flutuações do conteúdo crítico **a** em torno de sua média **a_L**, gerando o erro de flutuação de qualidade, assim como as flutuações da vazão dos componentes do fluxo, gerado o erro de flutuação de quantidade. Atualmente, não se dissociam os termos qualitativos e quantitativos, estudando-se o seu efeito combinado representado por **HFE**.

Erro de Flutuação de Heterogeneidade (HFE)

As atividades industriais são caracterizadas por uma constante necessidade de transporte de material. A execução dessas atividades gera pilhas alongadas, materiais transportados em transportadores de correia e fluxos em tubulações de polpa, todos eles classificados como lotes unidimensionais, gerados por operações cronológicas.

O erro de flutuação de heterogeneidade (**HFE**), antes chamado de erro de seleção contínua (**CE**), erro de integração (**IE**), ou erro de seleção pontual (**PSE**), (CHIEREGATI et al., 2007), é considerado como a soma de dois erros complementares: o erro de flutuação da qualidade **QFE** (variação de teor) e o erro de flutuação da quantidade ou erro de ponderação **IWE** (variação de massa).

$$HFE = QFE + IWE \quad [19]$$

O erro de flutuação de heterogeneidade caracteriza a heterogeneidade unidimensional do lote e é estimado por um variograma em função do tempo. Um lote unidimensional é quase sempre gerado por operações cronológicas. Consequentemente, ele será influenciado por variações que refletem essencialmente as atividades humanas, as quais levam ao mesmo conceito de heterogeneidade exposto para **IWE** e **QFE**. Portanto, **HFE** é também dividido em três componentes: (1) o erro de flutuação de heterogeneidade de curto prazo (aleatório), (2) o erro de flutuação de heterogeneidade de longo prazo e (3) o erro de flutuação periódica de heterogeneidade (fenômenos cíclicos).

$$HFE = HFE_1 + HFE_2 + HFE_3 \quad [20]$$

A plotagem do variograma permite visualizar todos os componentes do erro de flutuação de heterogeneidade, no qual estão incluídos o erro de ponderação do incremento e o erro de flutuação da qualidade.

Erro de Materialização do Incremento (IME)

Até aqui identificamos os erros gerados pela heterogeneidade do material que compõe o lote. Consideramos o lote como um objeto unidimensional contínuo e baseamos nosso raciocínio na seleção de pontos imaginários dentro do domínio de interesse. Entretanto, na realidade, esses pontos são formados por fragmentos ou grupos de fragmentos, e a natureza particular de cada uma dessas unidades deve ser levada em consideração. A materialização de tais grupos de fragmentos representa os incrementos de uma amostra e é alcançada primeiramente realizando a delimitação do incremento e, então, a extração do incremento, ambas operações geradoras de erros.

Estágios de preparação também são processos geradores de erros e podem consistir em transferência, cominuição, peneiramento, mistura, secagem, filtragem, pesagem, etc. O erro gerado, normalmente acidental, é denominado de erro de preparação do incremento.

Definimos o erro de materialização do incremento (**IME**) como a soma dos erros de delimitação do incremento (**IDE**), de extração do incremento (**IEE**) e de preparação do incremento (**IPE**):

$$IME = IDE + IEE + IPE \quad [21]$$

Erro Total de Amostragem (TSE)

O erro total de amostragem (**TSE**) é definido como a soma do erro de flutuação de heterogeneidade (**HFE**) com o erro de materialização do incremento (**IME**) gerado em cada estágio de amostragem.

$$\text{TSE} = \text{HFE} + \text{IME} \quad [22]$$

Erro Analítico (AE)

O erro analítico (**AE**) não faz parte do erro total de amostragem, entretanto, ele sempre fará parte do erro global de estimativa (**OEE**). Ele é gerado por operações analíticas tais como análises químicas, determinação de umidade, análises granulométricas, estimativa de porcentagens de sólidos, etc. Este erro não inclui a última etapa de redução de massa na qual a amostra analítica é obtida. O erro gerado nesta última etapa é parte do erro total de amostragem.

Erro Global de Estimativa (OEE)

Tanto a amostragem quanto as etapas de análise são processos geradores de erro e, portanto, o erro global de estimativa (**OEE**) é a soma do erro total de amostragem (**TSE**) com o erro analítico (**AE**):

$$\text{OEE} = \text{TSE} + \text{AE} \quad [23]$$

Sabemos que as fontes de erros são inúmeras e, portanto, a equação anterior pode ser reescrita considerando todos seus componentes básicos:

$$\text{OEE} = \text{AE} + \sum_{n=1}^N (\text{FSE}_n + \text{GSE}_n + \text{HFE}_n + \text{IDE}_n + \text{IEE}_n + \text{IPE}_n) \quad [24]$$

onde **N** é o número de estágios de amostragem do protocolo.

COMO MINIMIZAR OS ERROS DE AMOSTRAGEM

Apresentados todos os componentes do erro global de estimativa, percebemos que a simples análise de um conjunto de amostras não nos dá informações suficientes para sabermos o que houve de errado durante o processo de amostragem. Este processo não pode ser analisado retrospectivamente. A única abordagem lógica é a investigação completa e preventiva dos processos de seleção, materialização e preparação, de modo a assegurar uma estimativa precisa e acurada (ou seja, representativa) do teor real e desconhecido **a_L** de um lote de material particulado.

Essa investigação completa e preventiva começa com a classificação dos erros em aleatórios e sistemáticos. Os erros aleatórios (**FSE**, **GSE**, **HFE**) devem ser minimizados, garantindo um máximo desvio padrão para os resultados obtidos. Os erros sistemáticos (**IWE**, **IDE**, **IEE**, **IPE**) devem ser eliminados, garantindo a qualidade da amostra em todas as etapas do processo.

Estratégia de Amostragem para a Minimização ou Eliminação dos Erros

O principal objetivo de qualquer processo de amostragem é selecionar uma amostra representativa cujo teor desconhecido é denominado a_s . A estimativa a_s' de a_s deve fornecer um estimador preciso e não-enviesado do teor real e desconhecido a_L do lote L .

Nem sempre é fácil cumprir este objetivo, já que um lote de material particulado sempre contém certa quantidade de heterogeneidade e, quanto maior a heterogeneidade do material, mais difícil a operação de amostragem. Nestas condições, parece lógico que se deva medir a quantidade de heterogeneidade intrínseca de um dado material antes de se decidir por uma operação de amostragem adequada. A heterogeneidade intrínseca do lote, IHL , pode ser calculada pela multiplicação dos fatores da fórmula de Gy (c, f, g, l, d^3 da Equação 9) ou estimada experimentalmente por testes específicos denominados ‘testes de heterogeneidade’.

A análise prévia da heterogeneidade é um passo fundamental, já que fornece informações que vão muito além dos objetivos da amostragem. A amostragem torna-se, então, um processo de seleção de materiais para os quais a heterogeneidade já foi caracterizada por uma variância ou por um variograma, de modo que se possa desenvolver o protocolo de amostragem mais apropriado para cada caso.

Portanto, uma estratégia de amostragem adequada deve seguir a seguinte cronologia (PITARD, 1993; 2001; 2015):

- estudo das heterogeneidades intrínseca e unidimensional do material proveniente de um determinado lote;
- garantia da correção do processo de amostragem (ou seja, a escolha de equipamentos de amostragem corretos) de modo a eliminar: o erro de delimitação do incremento (**IDE**), o erro de extração do incremento (**IEE**) e o erro de preparação do incremento (**IPE**);
- otimização dos procedimentos e protocolos de amostragem de modo a minimizar: o erro fundamental de amostragem (**FSE**), o erro de segregação e agrupamento (**GSE**) e o erro de flutuação de heterogeneidade (**HFE**).

Por fim, deve-se atentar ao fato, já exposto anteriormente, de que o controle da acurácia é uma abordagem perigosa e não resolve os problemas de amostragem. O controle da correção da amostragem é a única forma efetiva de se ganhar tempo, dinheiro e de se eliminarem as deficiências dos processos de controle de qualidade.

As cinco condições abaixo visam eliminar, ou pelo menos minimizar, a maior parte dos erros provenientes da amostragem:

- todo equipamento de amostragem deve ser projetado, construído e utilizado de tal maneira que os erros de preparação IPE_n sejam irrelevantes. Deve-se dar especial atenção no sentido de se minimizarem perdas e contaminação em equipamentos de amostragem;
- a delimitação do incremento deve ser correta e, portanto, $\text{IDE} = 0$;
- a extração do incremento deve ser correta e, portanto, $\text{IEE} = 0$;
- a homogeneização deve ser eficaz e o número de incrementos deve ser grande o suficiente para minimizar o erro de segregação e agrupamento (GSE), até que ele se torne irrelevante;
- para amostragem de lotes unidimensionais, o intervalo entre cada incremento deve ser pequeno o suficiente para tornar irrelevante o erro de flutuação de heterogeneidade de longo prazo (HFE_2) e deve ser escolhido levando em consideração o erro de flutuação periódica de heterogeneidade (HFE_3).

Se todas as condições anteriores forem satisfeitas, o único erro restante é o erro fundamental de amostragem (FSE), definido como o erro que ocorre quando a seleção do incremento é correta e quando os incrementos que constituem a amostra contêm, cada um, um único fragmento aleatório.

ELIMINANDO OS ERROS SISTEMÁTICOS

As dezenas de anos de experiência de Pierre Gy durante as centenas de inspeções em usinas e laboratórios industriais mostraram que, se existirem erros sistemáticos no processo de amostragem, os valores típicos de enviesamento poderão chegar a 1.000% na etapa de seleção ou amostragem primária (não-probabilística), 50% nas etapas de preparação ou amostragem secundária (probabilística, mas incorreta) e de 0,1 a 1,0% nas etapas de análise. Com base nesses valores, Gy afirmou que “é inútil apresentar um resultado analítico com três ou quatro casas decimais supostamente significativas se a amostra analisada for insuficientemente representativa, e muito mais inútil se ela estiver enviesada” (GY, 1998). Portanto, o primeiro passo da otimização de um processo de amostragem é eliminar os erros sistemáticos.

Erro de Delimitação do Incremento (IDE)

A delimitação do incremento pode ser entendida como uma demarcação que define os limites do incremento amostral. A correção da delimitação do incremento é uma propriedade estrutural de um sistema de amostragem sobre a qual temos completo controle e, portanto, devemos garantir que a delimitação do incremento seja correta. A Figura 3 apresenta alguns exemplos de delimitação incorreta.

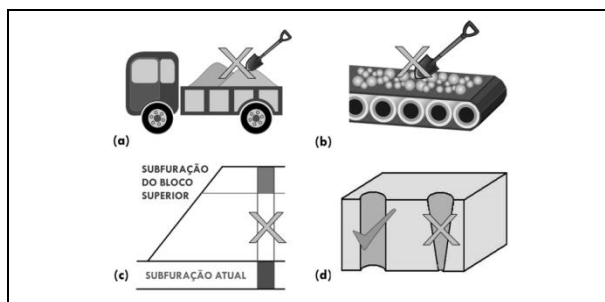


Figura 3. Exemplos de delimitações incorretas: (a) amostragem manual de caçamba de caminhão (PIXABAY, 2016); (b) amostragem manual de material sobre transportadores de correia (PIXABAY, 2016); (c) amostragem de furos de desmonte (PITARD, 2014b); (d) amostragem por canal com seção variável (PITARD, 2014b).

Considerando lotes tridimensionais, bidimensionais e unidimensionais:

- a delimitação correta de um lote tridimensional (como por exemplo a caçamba de um caminhão) é uma esfera;
- a delimitação correta de um lote considerado bidimensional (como por exemplo uma seção vertical de um corpo de minério tridimensional) é um cilindro de seção constante ao longo de toda a espessura do corpo;
- a delimitação correta de um lote considerado unidimensional (como por exemplo uma pilha alongada cuja espessura e altura podem ser desconsideradas) é uma seção definida por dois planos paralelos com distância constante entre si. Para lotes unidimensionais dinâmicos, tais como fluxos em transportadores de correia ou tubulações, a delimitação correta é uma seção definida por dois planos paralelos para amostradores corta-fluxo de trajetória retilínea (Figura 4b) ou uma seção definida por dois planos radiais para amostradores corta-fluxo de trajetória circular, também chamados amostradores tipo *Vezin* (Figura 4a).

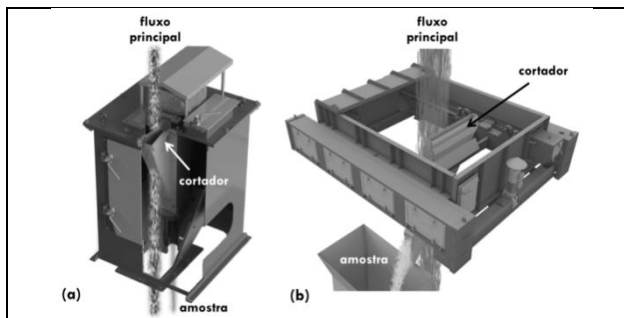


Figura 4. Exemplos de delimitações corretas: (a) amostragem automática com amostrador corta-fluxo de trajetória circular, tipo *Vezin* (FLSmidth Essa® *Vezin Sampler*); (b) amostragem automática com amostrador corta-fluxo de trajetória retilínea (FLSmidth Essa® *SBD Linear Sampler*).

Erro de Extração do Incremento (IEE)

Não basta que a delimitação do incremento seja correta. A extração do volume de material delimitado corretamente deve também ser completa e correta. Do mesmo modo que com a delimitação do incremento, a correção da extração do incremento é uma propriedade estrutural de um sistema de amostragem, sobre a qual temos completo controle e, portanto, devemos garantir que a extração do incremento seja correta. Conforme apresentado por Pitard (1993), os erros de delimitação e de extração do incremento são responsáveis pelos maiores vieses da amostragem.

A extração correta dos fragmentos de um lote depende do centro de gravidade de cada fragmento. O fragmento somente será extraído se o seu centro de gravidade se encontrar dentro da geometria definida para extração (Figura 5). Além disto, o projeto de equipamentos móveis de amostragem deve ser correto, levando em consideração o 'efeito de ricochete' (ver GY, 1992 e PITARD, 1993), quando o fragmento cai sobre a faca do amostrador e é ricocheteado para dentro ou para fora do recipiente. Se estas condições forem satisfeitas, pode-se afirmar que o erro de extração do incremento é nulo.

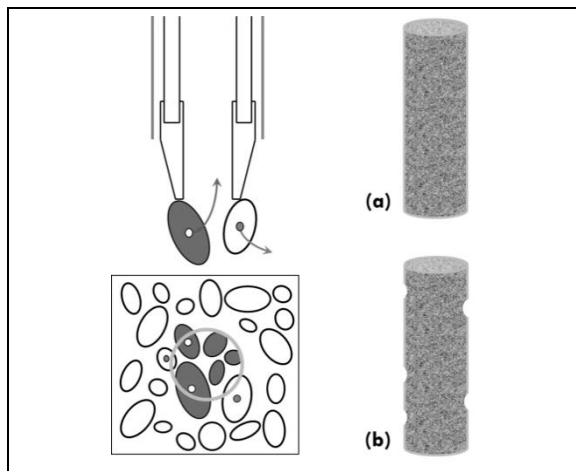


Figura 5. Fragmentos selecionados ou não para a amostra de acordo com seu centro de gravidade: (a) extração ideal de um cilindro perfeito; (b) extração real (PITARD, 1993, 2014c).

O exemplo apresentado na Figura 5 evidencia a dificuldade de se amostrar pilhas de material particulado ou solos intemperizados usando trados mecânicos ou mesmo perfuratrizes com brocas diamantadas. A amostragem desses materiais pode levar a valores elevados de enviesamento devido ao erro de extração do incremento.

A Figura 6 mostra as recomendações para o dimensionamento correto de amostradores automáticos, visando minimizar IEE em usinas de beneficiamento de minérios e laboratórios. Na figura a seguir, **A** é a abertura das facas do cortador, **d** é o tamanho máximo dos fragmentos ou a abertura de peneira por onde passam 95% em

massa dos fragmentos, θ é o diâmetro da tubulação de descarga e $V_{\text{máx}}$ é a velocidade máxima recomendada do cortador. Vale salientar que essas recomendações devem ser usadas como diretrizes, ou como limites aceitáveis para que erros grosseiros sejam evitados.

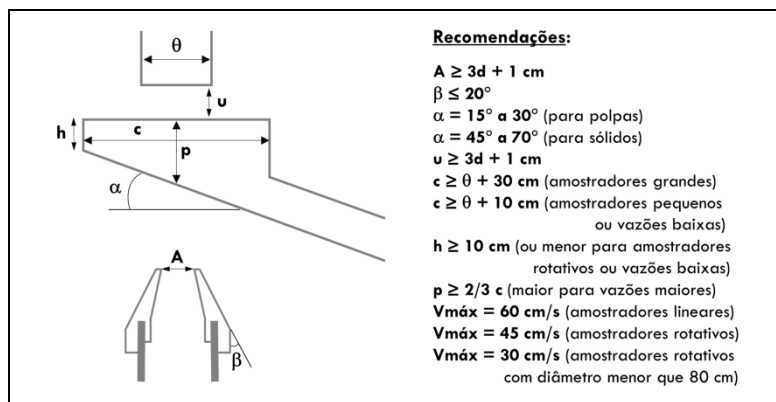


Figura 6. Recomendações para o dimensionamento correto de amostradores automáticos (GY, 1992; PITARD, 1993, 2014d).

Erro de Ponderação do Incremento (IWE)

A variância do erro de ponderação do incremento depende das flutuações na vazão de fluxos a partir dos quais incrementos são coletados para compor a amostra final. Há amostradores automáticos que coletam incrementos com base na massa de material alimentada e outros que coletam incrementos com base em um intervalo de tempo constante. Os amostradores com cortes baseados em massa constante serão corretos se, e somente se, a massa de cada incremento também for constante, o que raramente ocorre. Portanto, é muito mais econômico e eficaz ajustar os amostradores para cortes a intervalos de tempo constantes, contanto que uma das seguintes condições seja satisfeita (PITARD, 2010b):

- se as flutuações na vazão não superam $\pm 10\%$ relativo a um nível de confiança de 68%, a variância do **IWE** será aceitável;
- se as flutuações na vazão não superam $\pm 5\%$ relativo a um nível de confiança de 68%, a variância do **IWE** será desprezível.

A Figura 7 mostra um sistema de amostragem proporcional baseado em intervalo de tempo constante, onde **IWE** será aceitável se as variações relativas entre as massas dos incrementos I_1 , I_2 e I_3 forem menores ou iguais a 10%.

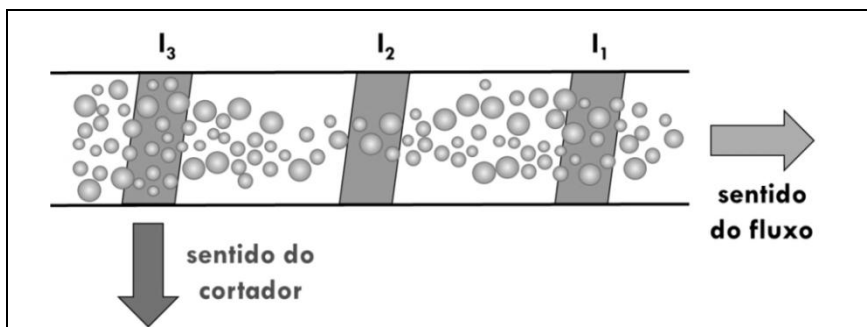


Figura 7. Sistema de amostragem proporcional baseado em intervalo de tempo constante, onde as massas dos incrementos $M_{I3} > M_{I2} > M_{I1}$, com variações relativas $\leq 10\%$.

É importante salientar que o erro de ponderação do incremento não ocorre somente em fluxos unidimensionais. A seleção correta de qualquer amostra composta deve respeitar a proporcionalidade mássica dos incrementos que a compõem. Um exemplo típico é a composição de uma amostra de pó de perfuratriz a partir do material descarregado pelo *underflow* (fragmentos médios e grossos) e pelo *overflow* (fragmentos finos) do ciclone coletor dos fragmentos gerados. A amostra composta deve respeitar a proporcionalidade de massas a dos lotes de fragmentos finos e de fragmentos médios e grossos (Figura 8).

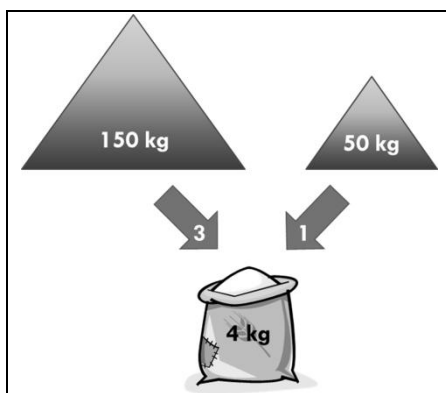


Figura 8. Amostra correta composta proporcionalmente a partir do lote de fragmentos finos (50 kg) e do lote de fragmentos médios e grossos (150 kg).

Erro de Preparação do Incremento (IPE)

As etapas de preparação de amostras incluem todas as operações que sucedem a extração do incremento ou da amostra primária e que antecedem a análise química. Essas etapas não são consideradas operações de seleção, pois a massa do incremento ou da amostra não muda (ou não deveria mudar), e é importante diferenciá-las das etapas de seleção ou de amostragem, quando a massa do incremento muda. As etapas de preparação podem ser classificadas em diversas categorias:

- transferência do incremento do ponto de amostragem para um sistema de transporte, podendo ou não ser uma operação contínua;
- transferência do incremento do sistema de transporte para a próxima etapa de amostragem ou de preparação;
- etapas de cominuição (britagem, moagem, pulverização), cuja função é diminuir o tamanho e aumentar o número de fragmentos;
- operações de peneiramento a úmido ou a seco;
- operações de secagem, necessárias para minimizar a obstrução do circuito de amostragem por material úmido e pegajoso;
- filtragem de polpas para separação sólido-líquido;
- operações de homogeneização.

Nota-se que nenhuma dessas operações é de seleção, entretanto, elas podem alterar seletivamente a composição da amostra e, assim, enviesar o seu teor. Erros de preparação são inerentes ao projeto, construção, operação e manutenção de equipamentos de amostragem e geralmente são erros não intencionais que resultam de negligência, falta de informação e falta de cuidado; raramente resultam de fraudes e sabotagem. Os erros de preparação incluem:

- erros por contaminação;
- erros por perda de material;
- erros gerados pela mudança na composição química;
- erros gerados pela mudança na composição física;
- erros gerados por falta de treinamento;
- erros resultantes de fraude e sabotagem.

Muitos dos erros de preparação não são aleatórios e não podem ser facilmente quantificados em termos probabilísticos. Portanto, do mesmo modo que para os erros de delimitação e de extração, a única estratégia sábia não é estimá-los, mas evitá-los:

- reduzir a altura de queda do material ao mínimo;
- enclausurar todas as fontes de poeira;
- proteger os equipamentos inativos com capas para prevenir o acúmulo de pó;
- limpar os equipamentos após cada operação;
- processar alimentação, concentrado e rejeito em equipamentos diferentes, quando possível;
- recuperar todo material retido no circuito e enviá-lo à sua origem (amostra ou rejeito).

Pitard (2014e) recomenda, também, evitar o uso de equipamentos de tecnologia antiga, geradores de grande quantidade de poeira, tais como britadores de mandíbulas, britadores de rolos, divisores de rifle (tipo Jones) e pulverizadores de disco. Os seguintes equipamentos minimizam a perda de finos durante a preparação: britadores de alto desempenho (como os britadores para britagem fina com duas mandíbulas móveis), divisores rotativos e pulverizadores de panela.

Vale salientar que a prevenção dos erros de preparação somente poderá ser alcançada se a amostragem estiver sob o encargo de engenheiros ou técnicos responsáveis pelo controle de qualidade e não sob o encargo da produção. Segundo Pitard (1993), não é uma boa ideia que os engenheiros responsáveis pela produção controlem sua própria qualidade, mas, infelizmente, isto é o que frequentemente acontece.

MINIMIZANDO OS ERROS ALEATÓRIOS

Após garantir que não existem erros sistemáticos no processo de amostragem, devem-se minimizar os erros aleatórios, de modo que o desvio padrão dos resultados esteja dentro de limites aceitáveis. Os erros aleatórios estão associados às heterogeneidades de constituição e de distribuição do lote amostrado.

Erro de Flutuação de Heterogeneidade (HFE)

O erro de flutuação de heterogeneidade surge quando amostramos lotes unidimensionais, devido a variações de massa e teor ao longo do período de coleta dos incrementos que compõem a amostra final. A minimização de **HFE** é realizada por variação e pela avaliação do erro em função do intervalo de amostragem.

Pierre Gy (1998) desenvolveu um método para estimar o erro de flutuação de heterogeneidade com base no variograma dos teores em função do intervalo de tempo de coleta dos incrementos. O variograma é uma função do tempo entre dois pontos localizados sobre um eixo e permite caracterizar a heterogeneidade unidimensional de dados cronologicamente ordenados. Quando as massas dos incrementos não apresentam variações maiores que 20%, pode-se assumir que o variograma dos teores é o mesmo variograma das heterogeneidades.

A Figura 9 apresenta um exemplo de variograma experimental construído a partir dos resultados de uma campanha de amostragem na alimentação do moinho de uma mina de ouro. A campanha teve a duração de três horas, durante as quais 36 incrementos foram coletados por amostrador corta-fluxo automático a intervalos regulares de 5 minutos. Os 36 incrementos foram analisados separadamente e os resultados permitiram construir o variograma experimental apresentado na figura, calculado a partir da equação do variograma:

$$v(j) = \frac{1}{2N} \sum_q (a_{q+j} - a_q)^2 \quad [25]$$

onde j é o intervalo de tempo que separa dois incrementos, $v(j)$ é a função variograma para o intervalo de tempo j , a_q é o teor do incremento q e a_{q+j} é o teor do incremento separado por j do incremento q . Note-se que existem diversos pares de valores separados por j e, portanto, N representa a quantidade desses pares. O ‘patamar’ do variograma se refere à variância estatística dos dados.

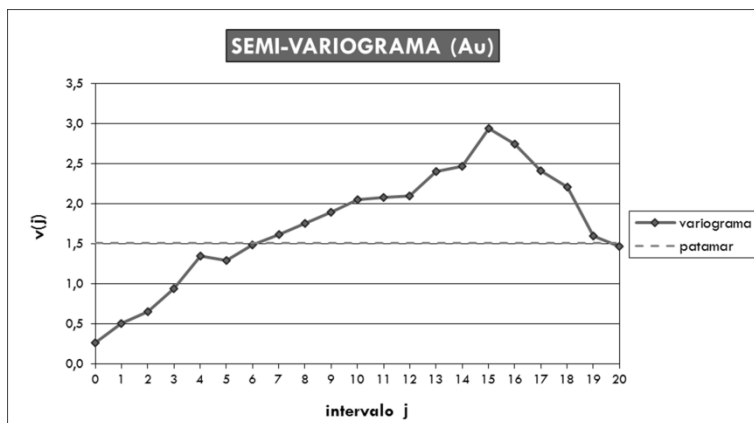


Figura 9. Exemplo de variograma experimental construído para a estimativa de HFE.

A Tabela 2 mostra o cálculo da variância, do desvio padrão absoluto e do desvio padrão relativo do erro de flutuação de heterogeneidade em um intervalo de confiança de 95%, admitindo-se Q como o número total de incrementos coletados para um dado intervalo de tempo j , e a equação da variância do erro de flutuação de heterogeneidade:

$$s_{HFE}^2 = \frac{W(j)}{Q} \quad [26]$$

onde $W(j)$ é chamado de ‘gerador de erro’ e pode ser definido como uma função do intervalo variográfico j . Para maiores detalhes sobre o cálculo de $W(j)$ recomenda-se consultar Pitard (1993), Gy (1998) ou Chieregati et al. (2007).

Tabela 2. Estimativa de HFE para diferentes intervalos de tempo.

Intervalo j	Tempo	$v(j)$	Q	$s_{HFE\ ABS}^2$	$s_{HFE\ ABS}$	$s_{HFE\ REL\ 95\%}$
0	00:00	0,26	-	-	-	-
1	00:05	0,50	36	0,0073	0,0852	3,0%
2	00:10	0,66	35	0,0095	0,0975	3,5%
3	00:15	0,94	34	0,0111	0,1052	3,7%
4	00:20	1,35	33	0,0119	0,1090	3,9%
5	00:25	1,29	32	0,0128	0,1132	4,0%
6	00:30	1,49	31	0,0145	0,1203	4,3%
7	00:35	1,62	30	0,0170	0,1305	4,6%

Tabela 2a. Estimativa de HFE para diferentes intervalos de tempo. (Continuação)

Intervalo j	Tempo	v(j)	Q	$s^2_{HFE\ ABS}$	$S_{HFE\ ABS}$	$S_{HFE\ REL\ 95\%}$
8	00:40	1,75	29	0,0205	0,1433	5,1%
9	00:45	1,89	28	0,0239	0,1547	5,5%
10	00:50	2,05	27	0,0264	0,1626	5,8%
11	00:55	2,08	26	0,0287	0,1695	6,0%
12	01:00	2,09	25	0,0314	0,1772	6,3%
13	01:05	2,41	24	0,0343	0,1852	6,6%
14	01:10	2,47	23	0,0374	0,1933	6,8%
15	01:15	2,94	22	0,0406	0,2015	7,1%
16	01:20	2,74	21	0,0440	0,2098	7,4%
17	01:25	2,41	20	0,0478	0,2186	7,7%
18	01:30	2,21	19	0,0521	0,2282	8,1%
19	01:35	1,59	18	0,0571	0,2389	8,5%
20	01:40	1,47	17	0,0631	0,2511	8,9%

A análise da Tabela 2 nos permite escolher um intervalo de tempo adequado de modo a atingir um máximo desvio padrão do erro de flutuação de heterogeneidade. Por exemplo, se for definido que o máximo desvio padrão relativo de **HFE** é de 4%, deve-se ajustar o tempo de corte do amostrador automático para, no máximo, 25 minutos ($j=5$).

Após a coleta dos incrementos amostrais, influenciados pelo erro de flutuação de heterogeneidade, cada incremento é considerado como uma amostra individual influenciada pelo erro fundamental de amostragem e pelo erro de segregação e agrupamento. As variâncias desses erros e do erro de materialização do incremento podem ser somadas, resultando na variância do erro total de amostragem.

Erro de Segregação e Agrupamento (GSE)

Como apresentado anteriormente na Equação 15, a variância do erro de segregação e agrupamento é o produto de três fatores: o fator de segregação **Z**, o fator de agrupamento **Y** e a variância do erro fundamental de amostragem s^2_{FSE} .

O fator **Y** depende do tamanho dos incrementos extraídos e, quanto menor o tamanho dos incrementos, menor o valor de **Y**. É impossível eliminar **Y** a não ser que seja possível coletar aleatoriamente incrementos compostos por apenas um fragmento, ou seja, o número de incrementos na amostra é igual ao número de fragmentos na amostra. A melhor estratégia é, portanto, coletar o maior número possível de incrementos de menor tamanho possível. Esta é a maneira mais eficaz de se minimizar **GSE** (PITARD, 2009a).

O fator **Z** depende da quantidade momentânea de segregação existente no material a ser amostrado. É impossível eliminar **Z**, pois a segregação é um fenômeno transiente. Uma opção é homogeneizar o material antes da amostragem, mas todo processo de homogeneização tem sua fraqueza e frequentemente a homogeneização é ilusória. Esta é a maneira menos eficaz de se minimizar **GSE** (PITARD, 2009a).

O último e mais importante erro aleatório é o erro fundamental de amostragem (**FSE**), impossível de ser eliminado por completo, a não ser que a amostra seja composta por todo o lote. Entretanto, é possível minimizar **FSE**, como será apresentado a seguir.

Erro Fundamental de Amostragem (FSE)

Um dos maiores desafios no desenvolvimento de um sistema de garantia e controle de qualidade (QA-QC) é decidir qual o valor mais apropriado para o erro fundamental de amostragem. Muitos praticantes de amostragem seguem diretrizes vagas, como a de um máximo desvio padrão relativo do erro fundamental de amostragem igual a 10% ou $s_{FSE} = 0,10$. Pitard (2013) faz as seguintes recomendações considerando a seleção da amostra primária:

- em nenhuma circunstância s_{SFE} deve ser maior que 16% relativo, visto que, acima deste valor, deixamos o domínio da normalidade e lentamente entramos no domínio de processos de Poisson. Todas as fórmulas apresentadas na teoria da amostragem não valem para processos de Poisson;
- para as fases de exploração e controle de teores de metais base, sugere-se um valor relativo máximo de s_{FSE} de 10%. Para as fases de exploração e controle de teores de metais preciosos, para a determinação de elementos traços e para a amostragem ambiental, sugere-se um valor relativo máximo de s_{FSE} de 16%;
- para balanços de massas ou metalúrgicos e controle de processos, sugere-se um valor relativo máximo de s_{FSE} de 2,5% para metais base e de 5% para metais preciosos;
- para a amostragem comercial visando à determinação dos preços de *commodities* é requerida uma precisão muito rigorosa e, portanto, sugere-se um valor relativo máximo de s_{FSE} de 0,5% para metais base e de 1,5% para metais preciosos.

É muito importante ressaltar que, ao longo dos anos, diversos autores têm questionado os valores máximos recomendáveis para **FSE**. Alguns sugerem que o desvio padrão máximo relativo do erro fundamental de amostragem total do protocolo (estágios combinados de amostragem e subamostragem) não ultrapasse 32%. Entretanto, valores elevados devem ser aceitos somente para as etapas de exploração e de controle de teores. Algumas diretrizes para os desvios aceitáveis dos erros de amostragem em cada etapa do processo são apresentadas detalhadamente por Pitard (2013).

Visando minimizar o erro fundamental de amostragem, deve-se desenvolver um protocolo de amostragem garantindo que o erro não ultrapasse os valores recomendados por Pitard em nenhuma etapa do processo. Usando-se a Equação 9 para o cálculo de **FSE** em cada etapa de amostragem, nota-se que há somente duas alternativas para diminuir **FSE**: (1) aumentando-se a massa da amostra selecionada ou (2) diminuindo-se o tamanho dos fragmentos do lote, ou seja, cominuindo-se o material a ser amostrado.

Pierre Gy desenvolveu um método gráfico para visualizar as etapas que superam ou não o **FSE** máximo, e o chamou de ‘nomograma’ ou ‘nomográfico’. A Figura 10 mostra o fluxograma de preparação de amostras de um minério de ouro, que pode ser representado pelo nomográfico da Figura 11.

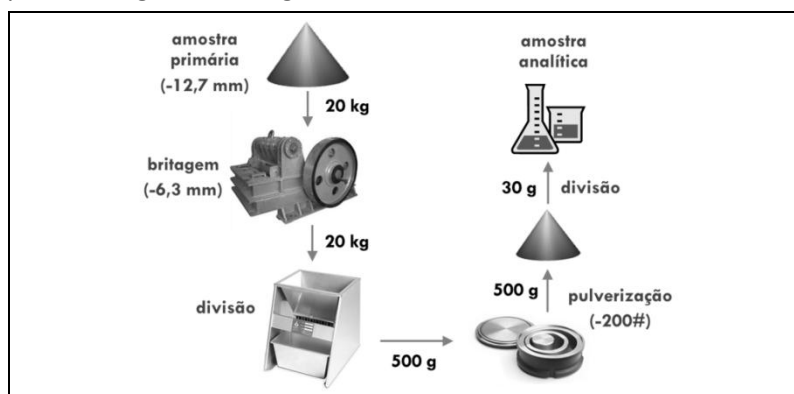


Figura 10. Protocolo de amostragem de um minério de ouro.

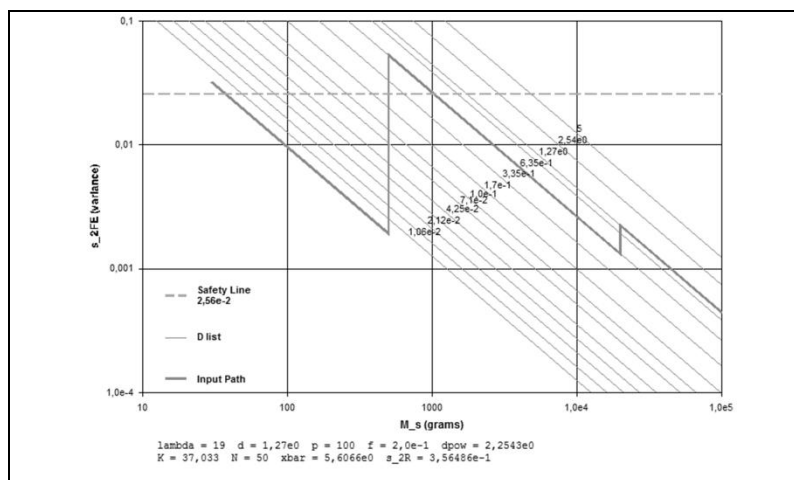


Figura 11. Nomográfico para o protocolo de amostragem de um minério de ouro (OSP, Francis Pitard Sampling Consultants LLC).

O eixo X (escala logarítmica) da Figura 11 representa a massa da amostra, o eixo Y (escala logarítmica) representa a variância do erro fundamental de amostragem, as linhas transversais representam o tamanho nominal dos fragmentos (**dn**). As linhas espessas mostram o caminho indicando o protocolo de amostragem. Os segmentos no sentido transversal representam redução de massa (etapa de amostragem) e os segmentos no sentido vertical representam redução de tamanho (etapa de cominuição). A linha tracejada horizontal, ou ‘linha de segurança’, representa a variância relativa máxima do erro fundamental de amostragem, s_{FSE}^2 , neste caso igual a 0,0256 (para $s_{FSE} = 16\%$).

Visando minimizar **FSE** no exemplo apresentado, deve-se aumentar a massa de amostra coletada nas duas etapas em que o erro fundamental de amostragem ultrapassa a linha de segurança. Aumentando-se a massa da primeira divisão para 1 kg e a massa da amostra analítica para 40 g, o s_{FSE} relativo de ambas as etapas passa a ser menor que 16%, como mostram a Figura 12 e a Tabela 3.

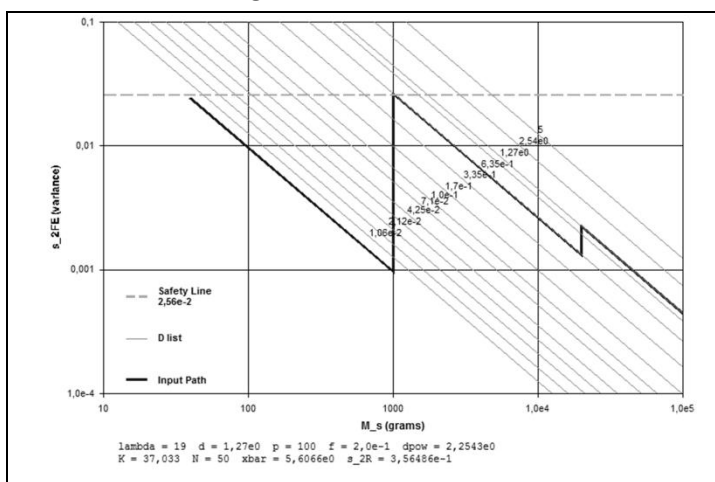


Figura 12. Nomográfico para o protocolo otimizado de amostragem (OSP, Francis Pitard Sampling Consultants LLC).

Tabela 3. Cálculo do erro fundamental de amostragem para cada etapa do protocolo.

Etapa	Massa do lote (g)	Massa da amostra (g)	d (cm)	IH _L	s_{FSE}^2 Relativa	s_{FSE} Relativo
1. Amostragem primária	10.000.000	20.000	1,27	44,3	0,0022	4,7%
2. Britagem	20.000	20.000	0,63	26,2	0,0000	0,0%
3. Divisão	20.000	1.000	0,63	26,2	0,0249	15,8%
4. Pulverização	1.000	1.000	0,0074	0,95	0,0000	0,0%
5. Seleção da amostra analítica	1.000	40	0,0074	0,95	0,02229	15,1%
TOTAL					0,0500	22,4%

Para o cálculo dos nomográficos, pode-se usar a Equação 9, apresentada anteriormente, ou a Equação 27 a seguir, onde **K** e **α** são as constantes de amostragem, calibradas experimentalmente para cada tipo de minério (no exemplo anterior, **K** = 37,033 e **α** = 0,7457).

$$s_{FSE}^2 = kd^\alpha \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) = IH_L \left(\frac{1}{M_S} - \frac{1}{M_L} \right) \text{ ou } s_{FSE}^2 = \frac{IH_L}{M_S} \text{ para } M_L > 10 M_S \quad [27]$$

A calibração das constantes de amostragem **K** e **α** é realizada por meio de testes de heterogeneidade, que permitem estimar o fator de heterogeneidade de constituição, ou heterogeneidade intrínseca do lote (**IHL**), para qualquer tamanho de fragmento. Uma descrição detalhada dos testes de heterogeneidade pode ser encontrada em Pitard (1993), Minnitt et al. (2007) e Minnitt et al. (2011).

Efeito Pepita *In Situ* (INE)

Apesar de o efeito pepita *in situ* não aparecer como um componente do erro global de estimativa na Figura 2, é importante considerar este erro na teoria da amostragem, visto que ele tem um grande impacto na escolha do diâmetro de perfuração (PITARD, 2009a). A teoria de Pierre Gy, criada para a amostragem de materiais particulados, não aborda a incerteza gerada pela seleção de uma determinada massa de amostra a partir de material *in situ* por sondagem diamantada, perfuração por circulação reversa ou perfuração de furos de desmonte. Entretanto, se tais incertezas não forem levadas em consideração, elas podem se tornar a principal fonte de erros de amostragem.

O efeito pepita é um termo geoestatístico que descreve a proporção de variabilidade aleatória presente em uma série de dados e possui dois componentes principais: (1) o componente geológico ou efeito pepita *in situ* e (2) o componente relativo à amostragem (DOMINY, 2007). O componente geológico representa a variabilidade natural inerente ao material, e o componente relativo à amostragem representa a variabilidade devida à massa, preparação e análise das amostras.

Pode-se dizer que o efeito pepita descreve quão bem os resultados de uma campanha de amostragem são reproduzidos repetindo-se a amostragem no mesmo ponto e, assim, quanto maior a reprodutibilidade amostral, menor o efeito pepita. Depósitos de metais preciosos e mineralizações muito heterogêneas possuem um efeito pepita elevado, visto que a reprodutibilidade das amostras é muito baixa.

É importante ressaltar que o efeito pepita não é um fenômeno exclusivo dos metais e minerais preciosos, mas de qualquer material heterogêneo. Como todo material geológico é necessariamente heterogêneo, o efeito pepita ocorre para qualquer tipo de minério (CHIEREGATI e PITARD, 2012).

O reconhecimento do efeito pepita é de extrema importância para as estimativas dos modelos da jazida. Quanto maior o efeito pepita, maior o grau de suavização que deve ser considerado no modelo, pois a estimativa é uma média ponderada das amostras contidas dentro do raio de influência do bloco em estudo (CHIEREGATI e PITARD, 2009).

É importante observar que o chamado ‘efeito pepita’ dos geoestatísticos (o valor da função variograma $\gamma(\mathbf{h})$ para $\mathbf{h} = 0$) não é o mesmo efeito pepita *in situ* do material, referente ao componente geológico. Segundo Pitard (1993), o efeito pepita $\mathbf{v}(\mathbf{0})$ do variograma inclui o efeito pepita *in situ* (s^2_{INE}), ou variância da heterogeneidade intrínseca do material, afinal, não estamos lidando com massas e teores reais (sempre desconhecidos), mas com estimativas de massa e teor provenientes de processos de seleção, preparação e análise da amostra. Portanto, todos os erros gerados durante esses processos estarão contidos no valor $\mathbf{v}(\mathbf{0})$ do variograma. O mesmo autor chamou $\mathbf{v}(\mathbf{0})$ de *garbage can* (ou ‘lata de lixo’), por representar a soma de todos os seguintes componentes (como mostra a Figura 13):

- variância do erro fundamental de amostragem (s^2_{FSE}) gerado durante a extração dos incrementos;
- variância do erro de segregação e agrupamento (s^2_{GSE}) também gerado durante a extração dos incrementos;
- variância de todos os outros componentes do erro de amostragem: s^2_{IDE} , s^2_{IEE} , s^2_{IWE} ;
- variância de todos os erros de preparação das amostras até gerar a massa necessária às análises químicas (s^2_{IPE});
- variância do erro analítico (s^2_{AE}).

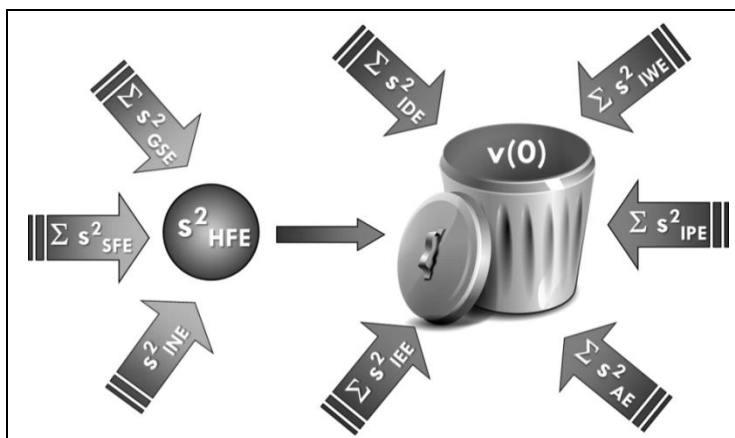


Figura 13. Os componentes de $\mathbf{v}(\mathbf{0})$, a ‘lata de lixo’ (PITARD, 2009b e PIXABAY, 2016).

A variância do efeito pepita *in situ* pode ser estimada pela seguinte equação:

$$s_{INE}^2 = \frac{f_m g_m \rho_m d_m^3}{a_L M_s} \quad [28]$$

onde f_m é o fator forma para o mineral ou constituinte de interesse; g_m é o fator granulometria, levando em consideração que as partículas do constituinte de interesse não têm o mesmo tamanho (normalmente $g_m = 0,25$); ρ_m é a densidade do constituinte de interesse; e d_m é definido como a abertura de peneira (em cm) que retém 5% das partículas do constituinte de interesse.

Especificamente para ouro, $f_m = 0,2$ e $g_m = 0,25$. Considerando a densidade do ouro nativo – frequentemente associado a outros metais – igual a 16, a variância de **INE** pode ser calculada usando-se a seguinte fórmula (PITARD, 2009a):

$$s_{INE}^2 = \frac{0,8 d_{Au}^3}{a_L M_s} \quad [29]$$

onde d_{Au} é definido como a abertura de peneira que retém 5% das partículas de ouro ou do equivalente de partículas de ouro em *clusters*. A Figura 14 mostra o significado do diâmetro equivalente de partículas em *cluster*.

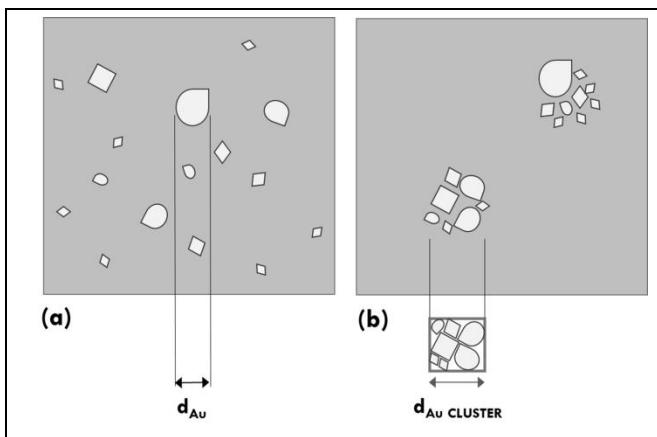


Figura 14. Representação o diâmetro equivalente de partículas de ouro em *cluster*: (a) diâmetro d_{95} das partículas de ouro quando não formam *clusters* e (b) diâmetro de um cubo equivalente ao tamanho dos *clusters* (PITARD, 2009a).

A equação apresentada permite calcular as massas mínimas e os nomográficos visando otimizar protocolos de amostragem. Segundo Pitard (2009a), um desvio padrão razoável para o efeito pepita *in situ* não deve ultrapassar 15% relativo, ou seja, $s_{INE} \leq 0,15$. Visto que o diâmetro das partículas de ouro e o teor não mudam, a única forma de minimizar a variância de **INE** é aumentar a massa da amostra selecionada.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

O conteúdo deste capítulo objetivou apresentar de forma simples e resumida os procedimentos corretos para minimizar ou resolver os problemas básicos e mais comuns da amostragem. Recomenda-se que todo estudo para o controle de qualidade e para a otimização de procedimentos de amostragem objetivem minimizar os erros aleatórios, i.e., os erros associados à variabilidade do material: erro fundamental de amostragem **FSE**, erro de segregação e agrupamento **GSE**, erro de flutuação de heterogeneidade de longo prazo **HFE₂** e erro de flutuação periódica de heterogeneidade **HFE₃**. Além disto, deve-se garantir a correção do processo de amostragem de modo a eliminar os erros sistemáticos: erro de delimitação do incremento **IDE**, erro de extração do incremento **IEE** e erro de preparação do incremento **IPE**.

Para finalizar, não poderíamos deixar de apresentar uma equação muito importante, mas frequentemente esquecida pelos praticantes de amostragem: a equação da massa mínima de amostra representativa da distribuição granulométrica do lote. Se uma amostra não for representativa de todas as frações granulométricas do lote, ela também não será representativa do teor. Portanto, visando realizar um trabalho de amostragem correto e completo, além da abordagem já apresentada para o cálculo da massa mínima de amostra representativa do teor do lote, deve-se também utilizar a seguinte equação simplificada para o cálculo da massa mínima de amostra representativa da distribuição granulométrica do lote:

$$M_s = 18 f \rho \frac{d_{95}^3}{s_{FSE}^2} \quad [30]$$

onde **f** é o fator forma, **ρ** é a densidade do mineral de interesse; **d₉₅** é o tamanho máximo dos fragmentos ou a abertura de peneira que retém 5% dos fragmentos e **s²_{FSE}** é a variância relativa máxima do erro fundamental de amostragem. É sempre recomendável calcular a massa mínima de amostra usando as duas abordagens (teor e distribuição granulométrica) e considerar a maior massa para a otimização de protocolos de amostragem. A equação apresentada pode também ser usada para o cálculo da massa mínima de amostra representativa do teor de umidade do lote.

Uma descrição completa sobre a derivação da equação simplificada e sobre como calcular as massas mínimas representativas por fração granulométrica pode ser encontrada em Pitard (1993).

EXERCÍCIOS RESOLVIDOS

Cálculo de Massa Mínima de Amostra Representativa

Uma pilha de 10.000 t de minério de ferro proveniente de uma etapa de britagem a 95% abaixo de 25 mm deve ser amostrada. A análise mineralógica das amostras selecionadas mostrou que a hematita está praticamente toda liberada a 0,05 mm. Sendo o teor médio de hematita na jazida igual a 60%, a densidade da hematita igual a 5,26 g/cm³ e a densidade do quartzo (mineral de ganga) igual a 2,65 g/cm³, qual a massa mínima de uma amostra representativa desta pilha admitindo-se um máximo desvio padrão relativo do erro fundamental de amostragem igual a 5%?

Cálculo do fator constituição mineralógica

$$c = \rho_M \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} + \rho_g (1 - a_L)$$

$$c = 5,26 \frac{(1 - 0,6)^2}{0,6} + 2,65(1 - 0,6) = 2,46$$

Cálculo do fator liberação

$$l = \sqrt{\frac{d_l}{d}} = \sqrt{\frac{0,005}{2,5}} = 0,0447$$

Fator forma

$f = 0,5$ (para minério de ferro)

Fator granulometria

$g = 0,25$ (para material não-calibrado)

$d = 2,5$ cm

$$IH_L = c f g l d^3 = 2,46 \times 0,5 \times 0,25 \times 0,0447 \times 2,5^3 = 0,215$$

A partir da Equação 27 para $M_L \gg M_S$: $M_S = \frac{IH_L}{s_{FSE}^2} = \frac{0,215}{0,05^2} = 86$ g

Otimização de Protocolo de Amostragem

A alimentação de uma usina de beneficiamento de minério de ouro é amostrada por amostrador corta-fluxo linear a cada 5 minutos. O *top size* do material alimentado é de ½" e a vazão de alimentação 120 t/h. A amostra coletada, de aproximadamente 20 kg, é enviada ao laboratório e passa pelo seguinte protocolo de preparação:

- secagem e britagem da amostra até 95% passante em $\frac{1}{4}$ ”;
- divisão, por divisor tipo *Vezin*, e seleção de uma amostra de 500 g;
- pulverização da amostra até 95% passante em 200 *mesh*;
- homogeneização da amostra e seleção de duas alíquotas de 30 g destinadas aos ensaios de *fire assay*.

Usando o IH_L estimado pelo teste de heterogeneidade realizado para este minério ($IH_L = 37d^{0,746}$), pede-se calcular a variância e o desvio padrão relativo do erro fundamental para cada etapa do protocolo de amostragem, bem como o desvio total. Qual a etapa crítica do protocolo e como você reduziria o desvio em cada etapa, não excedendo o desvio padrão relativo máximo recomendado para minérios de ouro ($s_{FSE} = 16\%$)?

Etapa	Massa do lote (g)	Massa da amostra (g)	d (cm)	IH_L	s_{FSE}^2 Relativa	s_{FSE} Relativo
1. Amostragem primária	10.000.000	20.000	1,27	44,2	0,0022	4,7%
2. Britagem	20.000	20.000	0,63	26,2	0,0000	0,0%
3. Divisão	20.000	500	0,63	26,2	0,0511	22,6%
4. Pulverização	500	500	0,0074	0,95	0,0000	0,0%
5. Seleção da amostra analítica	500	30	0,0074	0,95	0,0298	17,3%
TOTAL					0,0832	28,8%

A etapa crítica do protocolo é a de divisão da amostra após britagem ($s_{FSE} = 22,6\%$). Visando reduzir o desvio padrão relativo do erro fundamental de amostragem para 16% em todas as etapas, recomenda-se aumentar a massa da divisão primária para 1 kg e aumentar a massa da amostra analítica para 40 g. A Tabela 3 deste capítulo mostra o resultado da otimização do protocolo de amostragem deste exercício.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BILONICK, R.A. 1986. How far does Gy's theory go toward fulfilling the role of a general particulate material sampling theory? Presentation at the SME Fall Meeting, 7 de setembro de 1986, St. Louis.

CHIEREGATI, A.C.; COSTA, J.F.C.L.; ROCHA, M.M.; PAINS, A.B. 2007. The point selection error introduced by sampling one-dimensional lots. In: World Conference on Sampling and Blending, 3rd. WCSB3: proceedings, p. 405-414. UFRGS/Fundação Luiz Englert, Porto Alegre.

CHIEREGATI, A.C. & PITARD, F.F. 2009. The challenge of sampling gold. In: World Conference on Sampling and Blending, 4th. WCSB4: proceedings, p. 107-112. SAIMM Publications, Symposium Series S59, Cape Town.

CHIEREGATI, A.C. & PITARD, F.F. 2012. Fundamentos teóricos da amostragem. In: Teoria e Prática do Tratamento de Minérios, CHAVES, A.P. (org.), 2a ed. revista e aprimorada, Oficina de Textos, cap. 7, p. 323-364, São Paulo.

COSTA NETO, P.L.O. 2002. Amostragem – distribuições amostrais. In: Estatística, 2a ed. revista e atualizada, Ed. Edgard Blücher, cap. 3, p. 37-56, São Paulo.

DOMINY, S.C. 2007. Sampling – a critical component to gold mining project evaluation. In: Project Evaluation 2007, proceedings, p. 89-96. The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Melbourne.

ESBENSEN, K.H. 2016. 50 years of Pierre Gy's Theory of Sampling - WCSB1: a tribute. TOS Forum, Issue 6: Pierre Gy (1924-2015) – in memoriam, IM Publications LLP, p. 6, West Sussex.

FRANÇOIS-BONGARÇON, D.; GY, P. 2002. Critical aspects in mill and plants: a guide to understanding sampling audits. In: Journal of the South African IMM, v. 102, n. 8, Johannesburg.

GY, P.M. 1967. L'Echantillonnage des minerais en vrac - théorie générale, v. 1, Société de l'Industrie Minérale, Saint-Etienne. 186 p.

GY, P.M. 1979. Sampling of particulate materials. Elsevier, Amsterdam. 431 p.

GY, P.M. 1992. Sampling of heterogeneous and dynamic material systems: theories of heterogeneity, sampling and homogenizing. Elsevier, Amsterdam. 653 p.

GY, P.M. 1998. Sampling for analytical purposes. 1st. ed., translated by A.G. Royle, John Wiley & Sons, West Sussex. 153 p.

MINNITT, R.C.A.; RICE, P.M.; SPANGENBERG, C. 2007. Part 2: Experimental calibration of sampling parameters K and alpha for Gy's formula by the sampling tree method. In: The Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy, p. 513-518, v. 107, The Southern African Institute of Mining and Metallurgy, Johannesburg.

MINNITT, R.C.A.; FRANÇOIS-BONGARÇON, D.; PITARD, F.F. 2011. Segregation Free Analysis for calibrating the constants K and α for use in Gy's formula. World Conference on Sampling and Blending, 5th. WCSB5: proceedings, p. 133-150, Gecamin, Santiago.

PITARD, F.F. 1993. Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control. 2nd ed., CRC Press, Boca Raton. 488 p.

PITARD, F.F. 2001. A strategy to minimize ore grade reconciliation problems between the mine and the mill. In: Mineral Resource and Ore Reserve Estimation: the AusIMM Guide to Good Practice, p. 557-566, Ed. A.C. Edwards, The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Melbourne.

PITARD, F.F. 2009a. Pierre Gy's sampling theory and C.O. Ingamells' poisson process approach. Doctoral thesis, Aalborg University, Esbjerg. 309 p.

PITARD, F.F. 2009b. Poisson processes in sampling. In: World Conference on Sampling and Blending, 4th. Workshop, 19-20 October, Cape Town. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2010a. Minimization of sampling bias (elimination of incorrect sampling errors). In: Horizontal Standard Notes, Broomfield. Notas pessoais.

PITARD, F.F. 2010b. The increment weighting error. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2013. Guidelines for acceptable allotted sampling uncertainty. In: World Conference on Sampling and Blending, 6th. WCSB6: proceedings, p. 89-98, Gecamin, Lima.

PITARD, F.F. 2014a. Distribution heterogeneity DH. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2014b. The increment delimitation error at the mine and during exploration. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2014c. The increment extraction error: examples during exploration and at the mine. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2014d. The increment extraction error at the plant. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2014e. The increment preparation errors IPE: preserving increment integrity. In: Sampling Theory, Sampling Practices and Their Economic Impact. Special Programs and Continuing Education (SPACE), Colorado School of Mines, Golden. Apostila de curso.

PITARD, F.F. 2015. A progressive, iterative approach leading to reliable metallurgical accounting sampling systems. In: MetPlant 2015, proceedings, p. 78-91, The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Melbourne.

PIXABAY, 2016. Imagens retiradas de <https://pixabay.com>, em 9 de setembro de 2016.