



MINEROGRAFIA: DETERMINAÇÃO ESTATÍSTICA DO ERRO ASSOCIADO À AMOSTRAGEM¹

Geraldo Lúcio de Faria²
César Mendonça Ferreira³
Fernando Gabriel da Silva Araújo⁴

Resumo

Este trabalho se propôs a investigar o desvio teórico associado à prática de minerografia quantitativa. O estudo foi realizado fazendo uso dos conceitos de inferência estatística. Foi possível gerar um modelo estatístico que prediz o erro e controla a margem de confiança da prática experimental. A princípio, o modelo foi confrontado com dados reais para duas amostras de minério de ferro, e se apresentou suficientemente funcional na elaboração de metodologias de contagem com margens de erro pré-estabelecidas. Pôde-se observar, por meio deste estudo, que se a amostragem dos constituintes da lâmina for aleatória, esta terá um comportamento normal e um desvio previsível. Verificou-se a grande influência da dimensão da amostra e das quantidades de seus constituintes na precisão do resultado final. Um importante resultado é a estabilização do erro à medida que se trabalham lâminas com elevado número de partículas.

Palavras-chave: Microscopia óptica; Erro; Amostragem.

MINEROGRAPHY: STATISTICAL DETERMINATION OF SAMPLING ERROR

Abstract

This paper presents a study about the theoretical sampling error in the quantitative minerography experimental procedure. This study was done applying the statistical inference concepts. It was possible to conceive a statistical model which predicts the experimental error and controls its standard deviation. It is noticed that this model, compared with real data from two iron ores samples, is efficient in aim of to build a particles count models with a previous determination of their standard deviation. It was noticed that if the plate constituents have been randomly sampled, the sampling procedure will presents a normal distribution and a predicted standard deviation. It was also observed the strong effect of the sample size and of their constituents amounts in the experimental procedure accuracy. The stabilization of standard deviation as the number of particles increases is an important result.

Keywords: Optics microscopy; Error; Sampling.

¹ Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

² M.Sc. – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais/REDEMAT/UFOP Praça Tiradentes 20, Centro, Ouro Preto, MG – geraldolfaria@yahoo.com.br.

³ Engenheiro Geólogo – Departamento de Geologia/UFOP – Mendonça.cesar@yahoo.com.br.

⁴ M.Sc.,Dr. – Rede Temática em Engenharia de Materiais/REDEMAT/UFOP – fgabrielaraujo@uol.com.br.



1 INTRODUÇÃO

Segundo Ferreira⁽¹⁾ e Herman e Lemaster⁽²⁾ o procedimento experimental de microscopia óptica quantitativa aplicada a minerais (minerografia) consiste em, de posse de uma amostra preparada em lâmina delgada ou pastilha, identificar, inicialmente, os minerais presentes, e em seguida quantificar a fração de cada um na amostra.

A identificação dos minerais presentes em uma lâmina é obtida a partir da investigação de propriedades ópticas dos mesmos. A quantificação é feita a partir da contagem do número de partículas ou da fração de cada mineral em campos escolhidos aleatoriamente ao longo do objeto de estudo.

Uma lâmina possui, geralmente, um número grande de partículas, o que torna inviável a identificação e quantificação de cada uma delas, portanto é necessário que se realize um procedimento de amostragem, onde é identificado e registrado apenas um determinado número de partículas.

Considerando uma lâmina de minério que apresente X fases minerais distintas e N partículas, deseja-se, com a minerografia, quantificar a fração volumétrica (V) de cada uma das fases. Se das N forem contadas apenas n partículas, de forma que n_1 partículas são do mineral um, n_2 partículas do mineral dois, e assim por diante, até n_x partículas do mineral X, pode-se afirmar que esta amostra é composta por $V_1(\%)$ do mineral 1, $V_2(\%)$ do mineral 2 e $V_x(\%)$ do mineral X, onde V_x é calculado pela equação 1.⁽³⁻⁶⁾

$$V_x = \frac{n_x}{n} \times 100 \quad (1)$$

Seja n o número de partículas contadas, e j o número que identifica o mineral quantificado, então a fração volumétrica do mineral j será dada pela equação 2.⁽³⁻⁶⁾

$$V_j = \frac{\sum_{i=1}^n V_i(\%)}{\sum_{i=1}^n \sum_{i=1}^j V_i(\%)} \times 100 \quad (2)$$

A partir das proporções obtidas para n partículas (amostra), pode-se então inferir a respeito das proporções para toda a lâmina, agora abordada como uma população de N elementos. O objetivo deste trabalho é entender até que ponto pode-se confiar nesta amostragem, investigando qual a confiança proporcionada por ela aos resultados quantitativos. O estudo propõe um modelo estatístico que permite estabelecer o erro referente a este procedimento, assim como o intervalo de confiança do mesmo, em função do número de partículas contadas (tamanho da amostra) e da composição mineralógica obtida pelo procedimento de amostragem.

2 ESTADO DA ARTE

Segundo Pitard⁽³⁾ e Cochran et al.,⁽⁷⁾ para garantir que uma amostra seja representativa de uma população, é importante que sejam verificadas duas características: que o valor medido seja um bom estimador e que cada um dos elementos da população tenha alguma probabilidade de ser selecionado.

Ao utilizar o valor de uma média amostral, que é o estimador da média populacional, e, portanto o parâmetro a ser determinado, observa-se que cada uma das possíveis amostras fornece um valor diferente para o mesmo. Estas estimativas não são iguais devido à variabilidade presente na amostra. Segundo Cochran et al.⁽⁷⁾ e Hoel et al.⁽⁵⁾ pode-se afirmar que um estimador $\hat{\theta}$, neste caso a média amostral, é um estimador não viciado do parâmetro θ , se a distribuição de probabilidades de $\hat{\theta}$ tiver sua média igual ao valor de θ . O fato de um estimador ser centrado não assegura que seu valor calculado seja representativo da população, daí a necessidade de se avaliar os erros de amostragem que são funções da variância de $\hat{\theta}$.

Como mencionado, o outro critério que assegura a representatividade dos resultados é a própria amostragem, que é garantida na quantificação mineralógica pela forma aleatória como é feita, garantindo que cada uma das partículas possua alguma probabilidade de ser selecionada.

Para a validação deste estudo, será tomado como alicerce principal, o Teorema do Limite Central (TLC). O TLC diz que uma vez recolhida uma amostra de dimensão n , provinda de uma determinada população, que possua valor médio μ e desvio padrão σ , a amostragem pode ser feita sem reposição, e terá assegurada sua distribuição normal.^(5,6)

Portanto, no estudo proposto, onde as observações amostrais são obtidas por amostragem aleatória simples sem reposição, a média amostral tem uma distribuição centrada em μ e variância igual à dada na equação 3. Quando a amostra é grande, a equação 3 se aproxima do valor σ^2/n .

$$Var(\bar{X}) = \frac{\sigma^2}{n} \frac{N-n}{N-1} \quad (3)$$

Segundo Pitard,⁽³⁾ Hoel et al.,⁽⁵⁾ Magalhães et al.⁽⁶⁾ e Cochran et al.,⁽⁷⁾ pode-se afirmar que dada uma população com desvio padrão σ , a forma geral do intervalo de segurança para o valor médio μ será, tendo em conta as propriedades da distribuição normal, dado pela equação 4.

$$\bar{X} \pm z_{\frac{\alpha}{2}} \sqrt{\frac{\sigma^2}{n} \left[\frac{N-n}{N-1} \right]} \quad (4)$$

Onde o valor de z dependerá da confiança com que se pretende construir o intervalo.^(3, 5-7)

3 METODOLOGIA

Na prática de minerografia, a população trabalhada é suficientemente grande. A amostragem é feita de forma aleatória e sem reposição, o que garante a sua representatividade. O parâmetro a ser estimado é a média das proporções minerais, portanto as condições do TLC e de coerência dos estimadores e amostragem são satisfeitos.

Este trabalho aborda as partículas presentes em uma lâmina como população de comportamento normal, com média μ e desvio padrão σ , possibilitando o cálculo do

erro \hat{e}_j , associado ao procedimento de amostragem, para cada mineral j , por meio da equação 5, onde P_j é a fração de cada mineral na lâmina.

$$\hat{e}_j = \sqrt{\frac{P_j(1-P_j)}{n}} \times \sqrt{\frac{(N-n)}{(N-1)}} \quad (5)$$

A margem de segurança ou intervalo de confiança para cada mineral será dado pela equação 6.

$$Média_j = [P_j \pm z_{\alpha} \times \hat{e}_j] \quad (6)$$

Duas lâminas de minério de ferro foram preparadas e quantificadas para validação do modelo. As lâminas de minério de ferro foram denominadas Fe1 e Fe2 e quantificadas a partir da análise de 518 e 488 partículas, respectivamente. A quantificação das lâminas foi feita em um microscópio óptico de luz polarizada Leica. Em cada uma das lâminas, foram realizadas quantificações amostrando-se números inferiores de partículas. A Lâmina Fe1 foi quantificada cinco vezes, com a análise de 78, 156, 244, 334 e 422 partículas. A lâmina Fe2 foi quantificada quatro vezes, com a análise de 106, 205, 306 e 402 partículas. Para cada amostragem foi calculado o desvio da média (desvios reais) em relação à composição mineralógica real das lâminas.

Simulando a equação 5 em um software matemático foi possível calcular o erro, em valor absoluto, associado à média das proporções de cada mineral, assim como, por meio da equação 6, o intervalo de segurança de cada um deles.

Os erros obtidos experimentalmente (desvios das médias) e os intervalos de confiança, obtidos por meio do modelo teórico, foram comparados de forma que o parâmetro de validação passou a ser z , que está relacionado à confiança do intervalo determinado pelo modelo.

Para validação do modelo, demonstrou-se que para $z=1,645$, relativo a uma confiança mínima de 90% segundo Cochran et al.,⁽⁷⁾ mais de 90% das médias estimadas estavam dentro do intervalo de erro previsto pelo modelo. Demonstrou-se que para $z=1,960$, relativo a uma confiança mínima de 95% segundo Cochran et al.,⁽⁷⁾ mais de 95% das médias estimadas estavam dentro do intervalo de erro previsto pelo modelo. A Tabela 1 traz as composições mineralógicas reais das lâminas Fe1 e Fe2.

Tabela 1 – Composição Mineralógica das lâminas de minério de ferro Fe1 e Fe2 a partir da quantificação de 518 e 488 partículas respectivamente. (H.T. – Hematita Tabular/ H.M. – Hematita Microcristalina/ H.L. – Hematita Lobular/Mart. – Martita/Mag. – Magnetita/G.M. – Goethita/G.T. – Goethita Terrosa)

Mineral	H.T. (%)	H.M. (%)	H.L. (%)	Mart. (%)	Mag. (%)	G.M. (%)	G.T. (%)	Quartzo (%)	Sílex (%)	Outros (%)
Fe1	3,67	61,97	18,73	0,58	0,97	9,85	0,97	0,39	0,97	1,90
Fe2	2,05	17,21	31,97	10,45	6,35	21,52	0,61	3,07	0,61	6,16

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Determinação dos Desvios Reais (Desvios das médias)

- **Lâmina Fe1**

Foram feitas cinco amostragens distintas na lâmina Fe1, de tamanhos 78, 156, 244, 334 e 422 partículas. A Tabela 2 nos fornece o valor dos erros obtidos em cada caso.

Tabela 2 – Erros experimentais em relação à composição mineralógica da lâmina Fe1.

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
1,10	2,99	0,78	0,70	1,60	2,15	2,88	0,90	0,31	0,63	78
1,74	1,49	0,78	0,06	0,32	1,51	1,60	0,25	0,31	0,01	156
0,430	0,74	1,10	0,65	0,15	1,23	0,67	0,02	0,15	0,12	244
0,22	0,59	0,44	0,32	0,23	0,86	0,53	0,09	0,07	0,13	334
0,36	0,12	0,01	0,13	0,22	0,84	0,22	0,09	0,02	0,03	422
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	518

- **Lâmina Fe2**

Foram feitas quatro amostragens distintas na lâmina Fe2, de tamanhos 106, 205, 306 e 402 partículas. A Tabela 3 nos fornece o valor absoluto dos erros obtidos em cada caso.

Tabela 3 – Erros experimentais em relação à composição mineralógica da lâmina Fe2.

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
0,78	0,71	2,94	1,96	0,69	0,76	0,33	1,19	0,33	0,49	106
0,39	0,35	0,72	0,21	1,47	2,39	0,13	1,61	0,13	0,29	205
0,09	0,22	2,23	1,97	0,14	1,69	0,04	0,79	0,04	0,27	306
0,31	0,95	0,62	0,25	0,12	1,37	0,12	1,33	0,12	0,18	402
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	488

4.2 Determinação Teórica do Intervalo de Confiança

Por meio da equação 5, para cada lâmina, foi possível gerar curvas dos intervalos de confiança, na determinação de cada fração mineral, em função do número de partículas analisadas.

As Figuras 1 e 2 são as curvas de intervalo de confiança calculadas para as lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente, com confiança mínima de 90%.

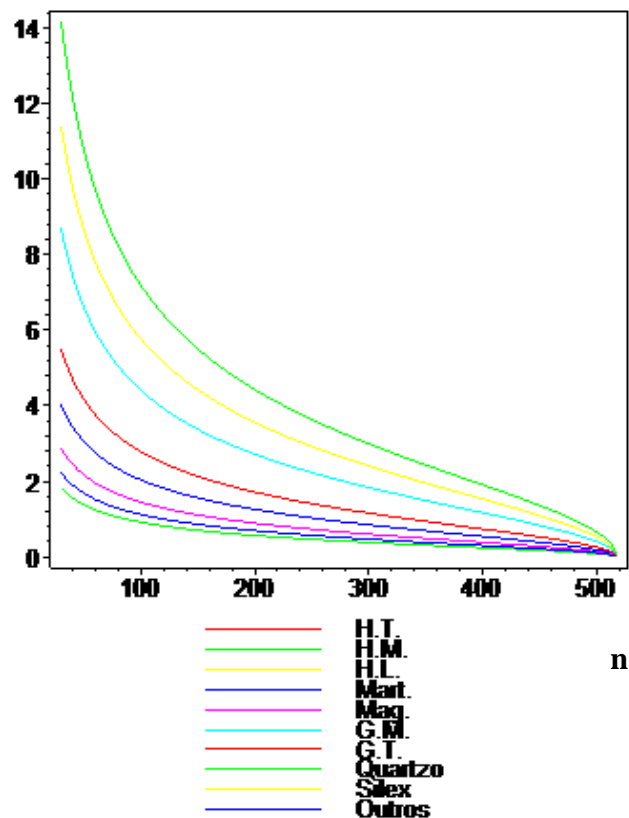
$(\pm\%) z.e_j$


Figura 1 – Curva teórica do intervalo de confiança, por mineral presente na lâmina Fe1, em função do tamanho da amostra ($z=1,645$).

Pode-se afirmar que para o modelo ser validado, pelo menos 90% dos erros experimentais apresentados nas Tabelas 2 e 3 devem estar abaixo dos valores calculados pelo modelo, indicando que pelo menos 90% das médias consta no intervalo de confiança estabelecido pelo modelo.

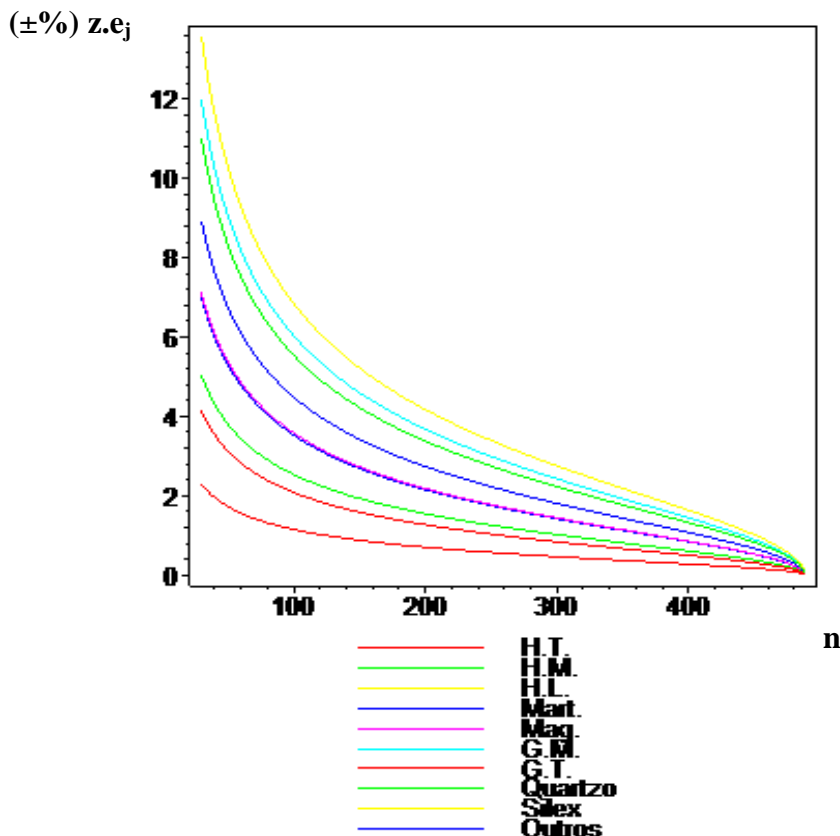


Figura 2 – Curva teórica do intervalo de confiança, por mineral presente na lâmina Fe2, em função do tamanho da amostra ($z=1,645$).

As Tabelas 5 e 6 deixam explícitos os intervalos de confiança (produto $z.e_j$), por mineral, geradas pelo modelo para as lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente.

Tabela 5 – Intervalos de confiança, referente a Fe1, calculada pelo modelo proposto para um intervalo de confiança de 90%

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
3,23	8,34	6,70	1,30	1,68	5,12	1,68	1,06	1,68	2,36	78
2,07	5,35	4,30	0,84	1,08	3,28	1,08	0,68	1,08	1,52	156
1,44	3,72	2,99	0,58	0,75	2,28	0,75	0,48	0,75	1,05	244
1,01	2,61	2,09	0,41	0,53	1,60	0,53	0,33	0,53	0,74	334
0,65	1,68	1,35	0,26	0,34	1,03	0,34	0,21	0,34	0,47	422
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	518

Tabela 6 – Intervalos de confiança, referente à Fe2, calculada pelo modelo proposto para um intervalo de confiança de 90%

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
2,00	5,34	6,60	4,33	3,45	5,82	1,11	2,44	1,11	3,40	106
1,24	3,31	4,08	2,68	2,14	3,60	0,68	1,51	0,68	2,10	205
0,81	2,17	2,68	1,76	1,40	2,36	0,45	0,99	0,45	1,38	306
0,49	1,30	1,61	1,05	0,84	1,42	0,27	0,60	0,27	0,83	402
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	488

Pôde-se observar que para as lâminas Fe1 e Fe2 apenas 4 e 3 amostras, respectivamente, não tinham suas médias dentro do limite de segurança previsto, o que significa que 93,3% e 94% das médias, obtidas experimentalmente nas lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente, estavam dentro do intervalo teórico, o que era previsto pelo modelo, uma vez que o valor de z utilizado previa uma confiança mínima de 90%.

Determinaram-se também os intervalos de confiança para as lâminas Fe1 e Fe2 com confiança mínima de 95%. As tabelas 7 e 8 deixam explícitas as faixas limites de erro por mineral, geradas pelo modelo, para as lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente, com confiança de 95% ($z=1,960$).

Tabela 7 – Margem de segurança, referente à Fe1, calculada pelo modelo proposto para um intervalo de confiança de 95%

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
3,85	9,94	7,99	1,55	2,00	6,10	2,00	1,27	2,00	2,82	78
2,47	6,37	5,12	1,00	1,28	3,91	1,28	0,81	1,28	1,81	156
1,72	4,43	3,56	0,69	0,89	2,72	0,89	0,57	0,89	1,26	244
1,20	3,11	2,50	0,49	0,63	1,91	0,63	0,40	0,63	0,88	334
0,77	2,00	1,60	0,31	0,40	1,22	0,40	0,25	0,40	0,57	422
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	518

Tabela 8 – Margem de segurança, referente à Fe2, calculada pelo modelo proposto para um intervalo de confiança de 95%

H.T. (±%)	H.M. (±%)	H.L. (±%)	Mart. (±%)	Mag. (±%)	G.M. (±%)	G.T. (±%)	Quartzo (±%)	Sílex (±%)	Outros (±%)	Partículas Contadas
2,39	6,36	7,86	5,16	4,11	6,93	1,32	2,91	1,32	4,05	106
1,48	3,94	4,87	3,19	2,55	4,29	0,82	1,80	0,82	2,51	205
0,97	2,59	3,19	2,10	1,67	2,81	0,54	1,18	0,54	1,65	306
0,58	1,55	1,92	1,26	1,00	1,69	0,32	0,71	0,32	0,99	402
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	488

Pôde-se observar que para as lâminas Fe1 e Fe2 apenas 2 e 1 amostras, respectivamente, não estavam dentro do limite de segurança previsto, o que significa que 96,7% e 98% das médias, obtidas experimentalmente nas lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente, estavam dentro do intervalo teórico, o que era previsto pelo modelo, uma vez que o valor de z utilizado previa uma confiança mínima de 95%.

É nítida a tendência de que com o aumento do tamanho da amostra os intervalos de confiança se tornam mais estreitos, o que também pode ser verificado nas Tabelas 2 e 3 com os desvios das médias experimentais nas lâminas Fe1 e Fe2 respectivamente.

A faixa granulométrica da amostra quantificada irá influenciar indiretamente no intervalo de segurança ou erro, uma vez que quanto menor o tamanho médio das partículas, maior será o tamanho da população (N), fator que é levado em consideração neste modelo.

Afirma-se então que, uma vez definida a confiança desejada, o modelo proposto é extremamente funcional na determinação do intervalo de segurança de qualquer procedimento de amostragem em minerografia quantitativa.



5 CONCLUSÕES

- Uma vez que as amostragens para o procedimento de minerografia sejam aleatórias e sem reposição, que a população de uma lâmina composta por j minerais apresente médias μ_j e desvios padrão σ_j , e tenha assim assegurada a sua distribuição normal, pode-se concluir que qualquer amostra de dimensão n terá valores médios μ_j e desvio padrão $\sigma_j/(n)^{1/2}$.
- Uma vez satisfeitas às condições do TLC, se a dimensão n das amostras for suficientemente grande ($n \geq 30$), pode-se utilizar a distribuição normal para calcular quaisquer probabilidades referentes ao estimador média das proporções.
- A dimensão da amostra interfere diretamente no erro associado ao procedimento amostral. Em geral, quanto menor a amostra, maior o erro agregado.
- A proporção de cada mineral na lâmina influencia diretamente o erro do procedimento de amostragem, onde quanto maior a fração volumétrica do mineral, maior o erro absoluto, quanto menor a fração volumétrica, menor o erro absoluto, porém menor será também a confiabilidade do resultado.
- Fazendo uso do modelo proposto neste trabalho, é possível determinar o erro ou intervalo de confiança para cada mineral quando quantificado pelo procedimento de minerografia.
- O modelo proposto se mostra eficiente no planejamento experimental de minerografia quantitativa aplicada a minérios de ferro, pois permite calcular um número mínimo de amostragens que garanta uma margem de segurança desejada.

Agradecimentos

Os autores agradecem à agência brasileira CNPq pelo financiamento da bolsa de mestrado do autor Geraldo L. de Faria.

REFERÊNCIAS

- 1 FERREIRA, C. M. *Método de Caracterização Tecnológica de Minério – Diretrizes para Aplicações a Minérios de Ferro “Sinter feed” e “Pellet feed”*. Anais do Works. Geol.Estr.Min.Ferro-SBG Bol. 12-347-375. 1993.
- 2 HERMAN, B; LEMASTERS, J. J. *Optical Microscopy: Emerging Methods and Applications*. New York: Academic Press, 441p. 1993.
- 3 PITARD, F. F. *Pierre Gy's Sampling Theory and Sampling Practice, Second Edition: Heterogeneity, Sampling Correctness, and Statistical Process Control*. New York: CRC Press. 516p. 1993.
- 4 ROCHA, M. M. *Análise do Impacto dos Métodos de Amostragem na Reprodução da Textura Geológica com Base em Diferentes Distribuições Estatísticas*. Tese de Doutorado. São Paulo: USP. 2004.
- 5 HOEL, et alii. *Estatística Elementar*. São Paulo: Editora Atlas S.A, 430p. 1992.
- 6 MAGALHÃES, Marcos N. et alii. *Noções de Probabilidade e Estatística*. São Paulo: Edusp, 392p. 2005.
- 7 COCHRAN, et alii. *Sampling Techniques – Third edition*. New York: Copyright John Wiley & Sons. Inc. p.72-90. 1977.