



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
Escola de Minas - Departamento de Engenharia de Minas
Pós-Graduação *Lato Sensu* em Beneficiamento Mineral



MAXIMILIANO BATISTA DA SILVA

**PADRONIZAÇÃO DA AMOSTRAGEM DO MINÉRIO FINO PRODUZIDO EM
UMA UNIDADE DE TRATAMENTO DE MINÉRIO DO QUADRILÁTERO
FERRÍFERO**

OURO PRETO (MG)

2010

UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO

MAXIMILIANO BATISTA DA SILVA

**PADRONIZAÇÃO DA AMOSTRAGEM DO MINÉRIO FINO PRODUZIDO EM
UMA UNIDADE DE TRATAMENTO DE MINÉRIO DO QUADRILÁTERO
FERRÍFERO**

**Monografia apresentada ao Programa
de Pós-graduação em Engenharia de
Minas da Universidade Federal de
Ouro Preto, como requisito para
obtenção do título de Especialista em
Beneficiamento Mineral.**

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Pereira

OURO PRETO (MG)

2010

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha esposa, ao meu filho, à minha mãe e ao meu pai.

RESUMO

A adequação dos sistemas de amostragem às normas internacionais se tornou fundamental para relações de confiança entre cliente e fornecedor no que diz respeito à precisão e acuracidade do controle de qualidade da indústria mineral. O problema verificado no controle de qualidade do produto final de uma Usina Tratamento de Minério de ferro do quadrilátero ferrífero foi a significativa diferença entre os resultados aferidos na amostragem da usina com os resultados aferidos pelo cliente. Observando a importância da padronização da amostragem do minério fino produzido na operação da mineração, este estudo analisa o sistema de amostragem de produto final da referida UTM concentrando-se na etapa de seleção da amostra; e visa a definir e verificar propostas para a melhoria e a adequação desse sistema ao padrão necessário de confiabilidade e eficiência de acordo com as normas e as técnicas atuais.

Palavras chave: Amostragem de particulados, Usina de Tratamento de Minério, Minério de Ferro.

ABSTRACT

The adjustment of sampling systems to the international patterns became essential to assure confidence to the relationship between client and furnisher on aspects like precision and accuracy on mineral industry quality control. The problem which was identified on quality control of final product at a Mineral processing plant from *Quadrilátero Ferrífero* concerns to the expressive difference between the results found by sampling analysis done at the mill, and the results found by the client laboratory. Observing the importance of sampling patterns to the fine ore produced on mining operation, this study analyses the final product sampling system used at that plant focusing the sample selection step with the aim of defining e verifying some proposals to increase and adequate this system to the patterns of confidence and efficiency according to the current rules and techniques.

Keywords: sampling of particulates, mineral processing plant, iron ore.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Precisão x Acuracidade	12
Figuras 2 e 3 - Representativa da extração de uma amostra.....	13
Figura 4 - caso geral de segregação e caso de segregação máxima.	17
Figura 5 - Corte de seção transversal com presença de raspador	20
Figura 6 - abertura do cortador	20
Figura 7 - Amostragem de fluxos contínuos.....	22
Figura 8 - Geometria correta de um amostrador corta-fluxo de trajetória retilínea	23
Figura 9 - fluxograma da Usina em Estudo	29
Figura 10 - Ordem de Empilhamento no TC	30
Figura 11- Amostrador primário tipo cortador	31
Figura 12 - Folga e falta de lubrificação.....	38
Figura 13 - corte de fluxo.....	39
Figura 14 - Ineficiência do raspador secundário	39
Figura 15 - incremento depositado em vasilhame para posterior coleta da amostra	40
Figura 16a - Novo conjunto coletor	42
Figura 16b - Novo conjunto coletor	42
Figura 16c - Novo conjunto coletor.....	43
Figura 16d - Novo conjunto coletor	44
Figura 17 - proteção contra projeção de partículas.....	44
Figura 18 - novo vasilhame para acúmulo de incrementos	45
Figura 19 - linha de água de processo.....	45
Figura 20 - linha de ar comprimido.....	46
Figura 21 - Padrão de limpeza periódica do amostrador	46
Figura 22 - Tubo para envio de amostra (1).....	48
Figura 23 - Tubo para envio de amostra (2).....	49
Figura 24 - Histograma Resultados de SiO ₂	50
Figura 25 - Impressão Valores Individuais de SiO ₂ – Cliente e Fornecedor	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tabela de Análise de Variância (Tabela ANOVA).....	28
Tabela 2 - Características do Material	30
Tabela 3 - Característica de Trabalho.....	31
Tabela 4 – tabela Anova: período de 02/01/2009 à 13/04/2009	33
Tabela 5 – gráfico de resultado <i>Check Análise Externo</i>	34
Tabela 6 – tabela Anova resultado <i>Check Análise Externo</i>	35
Tabela 7 – gráfico de resultado <i>Check Análise Externo</i>	35
Tabela 8 – tabela Anova resultado <i>Check Análise Externo</i>	36
Tabela 9 – Características do conjunto e suas influências.....	37
Tabela 10 – Anova: análise de Variância SiO ₂ – Cliente x Fornecedor.....	50

SUMÁRIO

1 - Introdução.....	9
Capítulo 1 - Sistema de Amostragem	11
1.1 - Importância da amostragem	11
1.2 - Definição de Amostragem	13
1.3 - Considerações gerais para amostragem e preparação de amostra	14
1.4 - Amostragem de particulados (lotes minerais).....	16
1.5 - Erros de amostragem	16
1.6 - Estabelecimento do Esquema de Amostragem.....	18
1.7 - Aspectos fundamentais de amostragem e preparação de amostra.....	19
1.7.1 - Minimização do vício.....	19
1.7.2 – Minimização da degradação.....	19
1.7.3 – Extração de incrementos.....	19
1.7.4 - Critérios gerais de projetos para cortadores primários.....	21
1.7.5 - Amostragem de fluxos contínuos.....	21
1.7.5.1 - Amostradores Corta-Fluxo de Trajetória Retilínea	23
1.7.6 - Massa do incremento.....	24
1.7.7 - Massa da amostra.....	24
1.8 - Análise de Variância	27
Capítulo 2 - Sistema de Amostragem na Usina em Estudo.....	29
Capítulo 3 - Estudo de Caso	32
3.1 - O problema de uma Usina de Tratamento de Minério de Ferro	32
3.2 - Objetivos do estudo	32
3.3 - Quantificação do problema.....	33
3.4 - Investigação das causas e construção das hipóteses	34
3.4.1 - Divisão do problema	34
3.4.2 – Diagnóstico da Seleção da Amostra	36
3.4.2.1 - Dados dimensionais e procedimento operacional	36
3.4.2.2 – Características do conjunto e suas influências.....	37
3.5 – Adequações do Sistema	41
3.5.1 – Melhorias Mecânicas no conjunto amostrador	41
3.5.2 – Massa Amostral.....	47
3.5.3 – Massa do incremento	47
3.6 - Resultados obtidos	49
3.7 - Próximos passos para melhoria do sistema de amostragem	51
4 - Conclusão.....	52
5 - Bibliografia.....	53
Anexo 1 – Tabela de determinação dos valores de An	55

1 - Introdução

O alicerce de um bom controle de qualidade da indústria mineral está baseado na execução correta da operação de amostragem, o que se dá pelo estabelecimento de um procedimento de amostragem que seja tanto acurado quanto preciso. Contudo a amostragem é freqüentemente negligenciada, e a adequação dos sistemas de amostragem às normas internacionais tornou-se fundamental para relações de confiança entre cliente e fornecedor.

O problema verificado no controle de qualidade do produto final de uma usina de minério de ferro do quadrilátero ferrífero foi uma significativa diferença entre os resultados dos teores de sílica na amostragem na usina com os resultados teores de sílica do minério do cliente. Isso acarreta diversas dificuldades com relação a: confiança do cliente, custo com a duplicação do processo de amostragem, desperdício de mão-de-obra, e base de dados não confiável para o trabalho da equipe de engenharia de processo da usina.

Observando a importância da Padronização da amostragem do minério fino produzido na operação de uma unidade de tratamento de minério do quadrilátero ferrífero, este estudo se concentra na etapa de amostragem ou seleção da amostra e aborda o sistema de amostragem (coleta incremento) de produto final de uma Unidade de Tratamento de Minério de Ferro do quadrilátero ferrífero para jazidas de itabiritos pobres, ou seja, teores médios de ferro de aproximadamente 42% de ferro.

Portanto, o primeiro capítulo se destina à revisão bibliográfica acerca do tema “sistema de amostragem”, com foco na amostragem de material particulado. Observar-se-ão aspectos referentes aos seguintes tópicos: importância da amostragem; definição de amostragem; considerações gerais para amostragem e preparação de amostra; amostragem de particulados (lotes minerais); erros de amostragem; estabelecimento do esquema de amostragem; aspectos fundamentais de amostragem e preparação de amostra (minimização do vício, minimização da degradação, extração de incrementos, critérios gerais de projetos para cortadores primários, amostragem de fluxos contínuos,

amostradores corta-fluxo de trajetória retilínea, cálculo de massa do incremento, cálculo de Massa da amostra, e análise de Variância). Os tópicos abordados no primeiro capítulo se constituem como o referencial teórico metodológico deste estudo. O segundo capítulo se refere à definição do Sistema de Amostragem na Usina em Estudo. E no terceiro capítulo (o estudo de caso) procederemos: à delimitação do problema enfrentado pela UTM abordada neste estudo, à definição dos objetivos do estudo, à quantificação do problema, à investigação das causas e construção das hipóteses, e à definição e verificação de propostas para a adequação do sistema de amostragem do produto final da UTM ao padrão necessário de confiabilidade e eficiência de acordo com norma e as técnicas definidas nas referências bibliográficas consultadas¹.

Quanto aos procedimentos metodológicos concernentes ao diagnóstico da seleção da amostra, procurar-se-á realizar um levantamento de todas as características do sistema de amostragem da Usina seguindo aspectos levantados na revisão bibliográfica; checando tanto a parte conceitual de procedimentos, quanto a parte de dispositivos de amostragem mecânica adequados para fluxos contínuos. A análise dos dados dimensionais, do procedimento operacional, e das características do conjunto e suas influências, servirá como parâmetro para a determinação das adequações a serem implementadas no sistema de amostragem; bem como para a definição dos próximos passos para melhoria do sistema de amostragem de minério fino na UTM abordada nesta pesquisa.

Com a conclusão deste estudo, espera-se: alcançar maior confiança do cliente no produto fornecido pela Unidade de Tratamento de Minério, menor custo para o conjunto com a eliminação da amostragem duplicada, e uma base de dados mais confiável para a atuação da equipe de Engenharia de Processo no ajuste de parâmetros na usina.

¹ Por determinação da empresa que atua na UTM de Uma unidade de tratamento de minério do quadrilátero ferrífero, não foram informadas das fontes referentes às tabelas e às figuras utilizadas no segundo e terceiro capítulos deste estudo.

Capítulo 1 - Sistema de Amostragem

1.1 - Importância da amostragem

Grigorieff divide o controle de qualidade da indústria mineral em três etapas: 1) amostragem ou seleção da amostra; 2) preparação da amostra; 3) análise da amostra preparada. As operações de redução de massa são denominadas de amostragens. E as sequências entre duas operações de redução de peso consecutivas são denominadas estágio de preparação (redução de tamanho, secagem, homogeneização). O foco deste estudo se concentra na amostragem ou seleção da amostra. Portanto, observemos que, Segundo GY², o fracasso em empreendimentos de mineração ou metalurgia quase sempre pode ser atribuído a confusão de “espécimes” em que decisões financeiras sensatas deveriam ser tomadas por uma avaliação de dados com nível aceitável de representatividade (para corpos de minérios, navios, concentrados, etc.), mas o que há são incontáveis erros de amostragem. A amostragem é freqüentemente negligenciada por muitos agentes, desde gestores de empresas de mineração a fabricantes de equipamentos e operadores. Quanto à qualificação e capacitação da mão de obra utilizada na amostragem, Pitard observa que , não se vê “razão pela qual um equipamento caro como o analisador de raio-x deveria ser e operado e mantido por um operador altamente educado e pago, enquanto a operação de amostragem pode ser feita por operadores menos treinados e pagos”³. No concernente aos equipamentos, escolha de britadores ou de peneiras pode ser feita de acordo com características mecânicas, operacionais, de custo, dentre outras; mas o amostrador deve que ser escolhido, antes de tudo, por sua capacidade de evitar ou reduzir erros de amostragem.

Segundo Grigorieff, nos dias de hoje a fabricação de produtos com qualidade assegurada faz com que os procedimentos e equipamentos empregados no controle de qualidade apresentem resultados mais confiáveis.

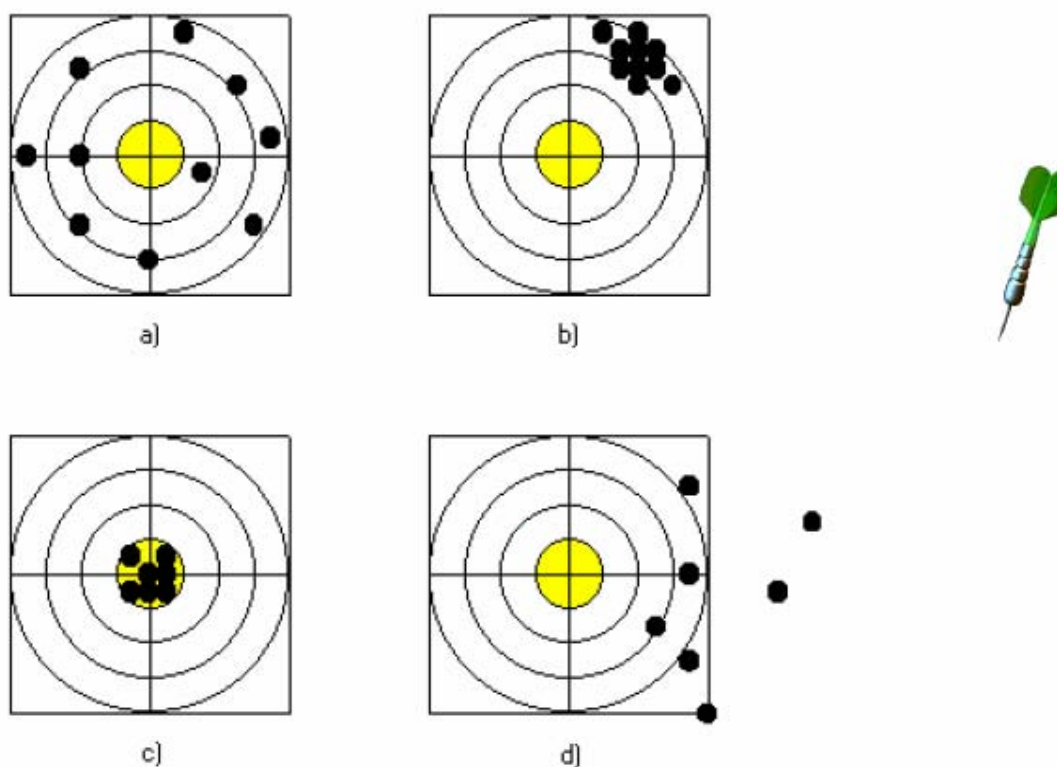
² GY, P.M. *Sampling of particulate materials, theory and practice*. Second Revised Edition. Amsterdam: Elsevier, 1982. p 7

³ PITARD, Francis F. *Pierry Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*. 2nd edition. Washington: CRC Press, 1993. Fragmento original: “We do not see the reason why an expensive analytical instrument such as an X-ray analyzer should be operated and maintained by a highly educated and paid operator, while sampling operation can be performed by less trained and paid operator.”

Ainda segundo o autor, o alicerce de um bom controle de qualidade está baseado na execução correta da operação de amostragem, o que se dá pelo estabelecimento de um procedimento de amostragem que seja tanto acurado quanto preciso. Nesse sentido, observemos na figura 1 a representação de diferentes relações entre precisão e acuracidade em um jogo de dardos. A figura demonstra:

- a) acuracidade sem precisão;
- b) precisão sem acuracidade;
- c) precisão e acuracidade;
- d) sem acuracidade e sem precisão.

Figura 1 - Precisão x Acuracidade



Fonte: SIRONVALLE, 2002.

Notemos que essa analogia indica que o controle de qualidade baseado na execução correta da operação de amostragem pelo estabelecimento de um procedimento de amostragem que seja tanto acurado quanto preciso, é, assim como no jogo de dardos, a possibilidade que viabiliza a concretização dos objetivos com maior êxito.

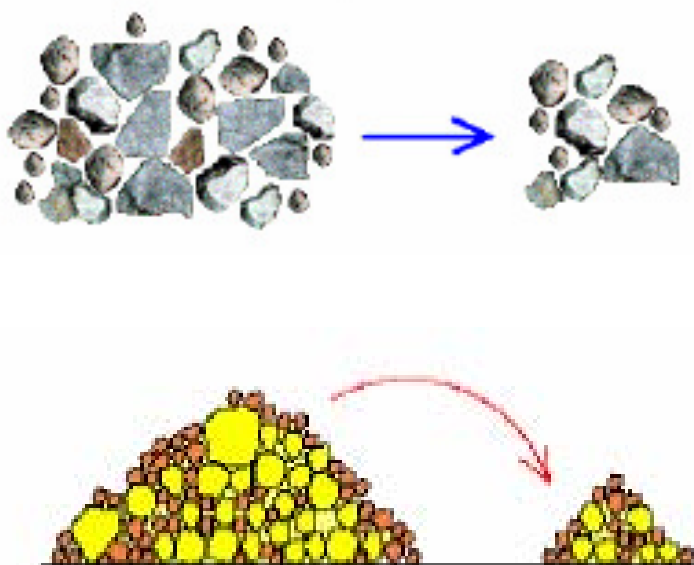
1.2 - Definição de Amostragem

Há mais de três décadas GY definiu que “Amostragem era a arte e se tornou a ciência de representar um lote por uma fração dele (...)”⁴.

Já Sampaio define amostragem como “a operação de remoção de uma parte conveniente de um grande volume, de maneira que as características do material (como p.e. composição e densidade) são as mesmas tanto no todo como na parte removida”⁵.

Outra definição bem difundida na indústria da mineração é de LUZ, que define amostragem como o processo que “consiste na retirada de quantidades moduladas de material (incrementos) de um todo que se deseja amostrar, para composição da amostra primária ou global, de tal forma que esta seja representativa do todo amostrado”⁶, conforme como representado (nas figuras 2 e 3) a seguir:

Figuras 2 e 3 - Representativa da extração de uma amostra



Fonte: SIRONVALLE, 2002.

⁴ GY, P.M. *Sampling of particulate materials, theory and practice*. Second Revised Edition. Amsterdam: Elsevier, 1982. p 7

⁵ SAMPAIO, CARLOS HOFFMANN. *Beneficiamento Gravimétrico. Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade*. Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2005. p 28

⁶ LUZ, Adão Benvindo da. *Tratamento de Minérios*. 4ª Edição. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004. p 19

1.3 - Considerações gerais para amostragem e preparação de amostra

Numa amostragem correta, todas as partes do minério que se deseja conhecer devem ter iguais oportunidades de seleção e incorporação na amostra parcial ou global da análise. Segundo SAMPAIO⁷, a única maneira de realizar amostragem primária de um material é a retirada de porções diretamente da população alvo. A amostragem pode ocorrer de maneira aleatória, sistemática, ou estratificada. A amostragem aleatória é normalmente utilizada quando há pouca informação sobre o material a ser amostrado. Os incrementos são retirados de forma fortuita, mas garantindo que todas as partes do material tenham a mesma probabilidade de serem amostradas. Na amostragem sistemática os incrementos são coletados a intervalos regulares (de tempo ou massa), previamente definidos. No caso de haver a possibilidade da existência de ciclos regulares de variação do parâmetro de interesse, e deles coincidirem com os períodos de retirada da amostra, a amostragem sistemática não deve ser utilizada. A amostragem estratificada é uma extensão da amostragem sistemática na qual o material é dividido em grupos distintos segundo características próprias. Isso acontece normalmente na proporção de seus pesos (p.e. amostragem de vagões, *containers*, material em polpa onde ocorre sedimentação); ou seja, nesse caso a amostragem é proporcional às massas. A ABNT⁸ aponta como tipos de amostragem: amostragem base tempo, amostragem base massa e amostragem aleatória estratificada. Na amostragem base tempo, a massa do incremento deve ser proporcional à taxa do fluxo de minério no instante da amostragem. Quando a amostra de ensaio for preparada a partir de cada incremento ou amostra parcial, a massa do incremento ou da amostra parcial deve ser determinada, a fim de se obter a média ponderada das características de qualidade do lote. Na amostragem base massa os incrementos devem ser coletados de forma que a variação da massa dos incrementos não ultrapasse 20%. O coeficiente de variação é definido como a razão entre o desvio-padrão (σ_{massa}) e o valor médio da massa dos incrementos

⁷ SAMPAIO, CARLOS HOFFMANN. *Beneficiamento Gravimétrico. Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade*. Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2005. p 29

⁸ Projeto 41:000.001.001, *Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostras*. ABNT/CB41 – Comitê Brasileiro de Minérios de Ferro, 2002.

(m) expresso em percentagem: $CV = \frac{100}{m} \frac{massa}{m}$. Na amostragem aleatória

estratificada intervalos fixos de massa e tempo devem ser aplicados.

Pitard⁹ considera que em situações estacionárias (como navios, pilhas, baias) cada fatia do corpo mineral deve ser delimitada para a extração de um incremento correspondente, observando-se que o tamanho máximo da partícula também deve ser tal que permita a extração de incremento que represente toda a fatia. Mas o autor alega que uma pilha logo será retomada, transformada num fluxo unidimensional de material; e que esse é o melhor momento para a amostragem. Por sua vez, a ABNT não considera a amostragem de situações estacionárias devido à dificuldade em se extrair incrementos que representem toda essa “fatia”. A ABNT abre exceção para vagões, quando o minério de ferro a ser amostrado é de finos concentrados¹⁰; e desde que haja dispositivo de amostragem como lança ou **trado** que penetre a profundidade total do minério no ponto selecionado de amostragem possibilitando que a coluna completa do minério seja extraída. Segundo a ABNT¹¹, as transportadoras de correias são o melhor local de amostragem de particulados secos. Uma seção transversal completa do fluxo do minério pode ser transpassada em velocidade uniforme de maneira a obter amostras representativas.

Deve-se ainda ressaltar que a determinação de umidade do material coletado também deve ser levada em consideração durante a amostragem e preparação de amostra. Para garantir maior precisão da análise, as amostras devem ser processadas tão logo coletadas. Caso o processamento não possa ser imediato, as amostras devem ser armazenadas em recipientes hermeticamente fechados e com pouco espaço de ar livre para evitar alterações de teor de umidade.

⁹ PITARD, Francis F. *Pierry Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*. 2nd edition. Washington: CRC Press, 1993.

¹⁰ Deve-se aqui observar que, na ISO 3082:2000, a expressão “minérios finos concentrados” é usada quando trata da amostragem *in situ* de situações estacionárias para especificar minério ou tamanho de partícula. Na versão brasileira isto é esclarecido incluindo-se “(tamanho de partícula < 1mm)” sempre que é feita menção ao minério fino concentrado.

¹¹ Projeto 41:000.001.001, *Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostras*. ABNT/CB41 – Comitê Brasileiro de Minérios de Ferro, 2002.

1.4 - Amostragem de particulados (lotes minerais)

Lotes de minério são, em sua quase totalidade, formados por materiais fragmentados. Segundo SAMPAIO, a amostragem de materiais particulados apresenta dificuldades devido às grandes variações de tamanho, formato, massa e composição das partículas. Para este tipo de material, técnicas adequadas de amostragem devem ser utilizadas para garantir a prevenção da segregação que pode ocorrer devido ao efeito do tamanho de partícula ou densidade, sem que ocorra degradação ou contaminação do material. Recomenda-se também a amostragem na granulometria mais fina possível devido à representatividade proporcionada pelo maior número de partículas por unidade de volume.

1.5 - Erros de amostragem

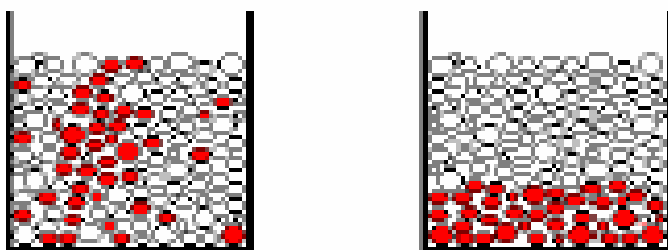
Segundo GY, o erro total de amostragem, chamado por LUZ de E_a , é o somatório do erro de amostragem (seleção, coleta da amostra), E_{ap} , e do erro de preparação chamado E_p . Então, $E_a = E_{ap} + E_p$.

O E_{ap} é a soma de sete erros independentes, que são resultado do processo de coleta da amostra primária ligados, principalmente, à variabilidade do material que está sendo amostrado. Os sete erros que constituem o E_{ap} são:

- 1) Erro de ponderação: é o erro resultante da não uniformidade da densidade e da vazão do material. Ocorre quando há variação na densidade do material retirado da instalação. Por exemplo, amostragem em uma correia que recebe materiais de processos unitários de concentração distintos é feita em um ponto de um ciclo em que um dos processos está parado.
- 2) Erro de integração: é o erro de integração de incrementos retirados de instalações contínuas. A coleta se dá em fluxos variáveis ou a retirada de amostras de vários lotes. O somatório dos n incrementos, retirados sucessivamente de n alíquotas em que a amostra é dividida.
- 3) Erro de periodicidade: se dá quando ocorrem variações periódicas na quantidade ou qualidade, em um período aproximadamente igual a qualquer múltiplo do intervalo de amostragem proposto, seja ele base massa ou tempo.
- 4) Erro fundamental: ocorre devido à heterogeneidade de constituição do material. Depende da massa amostral, e também em menor

proporção, do material amostrado. 5) Erro de segregação: ocorre, principalmente, quando não há a homogeneidade do material e há a formação de agregados do material antes da efetuação da amostragem (heterogeneidade de distribuição localizada). A figura 4 demonstra um caso geral de segregação (à esquerda) e um caso de segregação máxima (à direita). 6) Erro de delimitação: erro de delimitação que ocorre quando não há o dimensionamento correto dos incrementos. 7) Erro de extração: ocorre durante a coleta dos incrementos.

Figura 4 - caso geral de segregação e caso de segregação máxima.



Fonte: SIRONVALLE, 2002.

O E_p é o somatório de cinco erros independentes, provenientes das operações de redução de granulometria, homogeneização e quarteamento às quais é submetida a amostra primária. São eles: 1) perda de partículas pertencentes à amostra; 2) contaminação da amostra por material estranho; 3) alteração não intencional da característica de interesse a ser medida na amostra final; 4) erros não intencionais do operador; 5) alterações intencionais das características a serem medidas na amostra final.

A amostragem das unidades de processamento mineral está sujeita a todos os tipos de erro acima apresentados e, quanto maior o número de incrementos, menor o erro total. O número de incrementos está relacionado à massa mínima necessária para formar a amostra primária¹². Segundo GY, dos erros acima, o erro fundamental é o único que não pode ser evitado, pois, teoricamente, a massa ideal seria aquela que englobasse toda a população.

¹² GÓES, Maria Alice C.de *et al.* Amostragem. In: LUZ, Adão Bemvindo da *et al.* (ed.). *Tratamento de minério*. 4ª edição. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004.

1.6 - Estabelecimento do Esquema de Amostragem

Antes de um material ser amostrado, é necessário definir as características principais do esquema de amostragem tomando como base o objetivo da amostragem. A norma brasileira define o seguinte procedimento para estabelecimento do esquema de amostragem: a) identificar o lote a ser amostrado; b) verificar o tamanho máximo nominal; c) determinar a massa do incremento considerando o tamanho máximo nominal, o equipamento de manuseio do minério e o dispositivo de coleta dos incrementos; c) especificar a precisão requerida; d) apurar a variação da qualidade σ_w , do lote de acordo com o Projeto 41:000.01-002, ou, se não for possível, assumir variação da qualidade “grande”; e) determinar o número mínimo de incrementos primários, n_1 , a ser coletado do lote por amostragem sistemática ou aleatório estratificada; f) determinar o local de amostragem e o método de coleta dos incrementos; g) coletar incrementos com massa praticamente uniforme para amostragem base massa ou com massa proporcional à taxa de fluxo do minério no momento da amostragem para amostragem base tempo. Os incrementos devem ser coletados nos intervalos determinados em f durante todo o período de manuseio do lote; h) determinar se será adotado o uso individual de partes da amostra ou o uso múltiplo da amostra; i) estabelecer o método de combinação dos incrementos para composição da amostra global ou das amostras parciais; j) estabelecer o procedimento de preparação de amostra, incluindo divisão, britagem, misturação e secagem; k) britar a amostra, se necessário, exceto a amostra para determinação granulométrica; l) secar a amostra, se necessário, exceto a amostra para determinação do teor de umidade; m) dividir as amostras de acordo com a massa mínima da amostra dividida para um dado tamanho máximo nominal empregando divisão por massa constante ou divisão proporcional para amostragem base massa, ou divisão proporcional base tempo; n) preparar a amostra de ensaio.

Como o presente estudo trata da amostragem ou seleção da amostra, a abordagem aqui realizada acerca dos procedimentos para estabelecimento do esquema de amostragem se concentrará nos itens de “a” a “k” acima citados.

1.7 - Aspectos fundamentais de amostragem e preparação de amostra

1.7.1 - Minimização do vício

Seguindo o esquema de amostragem apresentado acima, visa-se a minimização do vício de amostragem e atendimento ou melhoria de precisão. A precisão é o tamanho da variabilidade da amostra em torno da média do lote na qual é amostrada¹³. Essa medida é, geralmente, expressada como a variância do erro de amostragem. A precisão pode ser melhorada pela coleta de mais incrementos. O vício de amostragem, ao contrário da precisão, não pode ser reduzido por réplicas de medidas.

1.7.2 – Minimização da degradação

Quando as amostras forem utilizadas para determinação da distribuição granulométrica é preciso cuidado visando à minimização da degradação das partículas para diminuir o vício na medida. Para tanto é preciso reduzir as quedas livres.

1.7.3 – Extração de incrementos

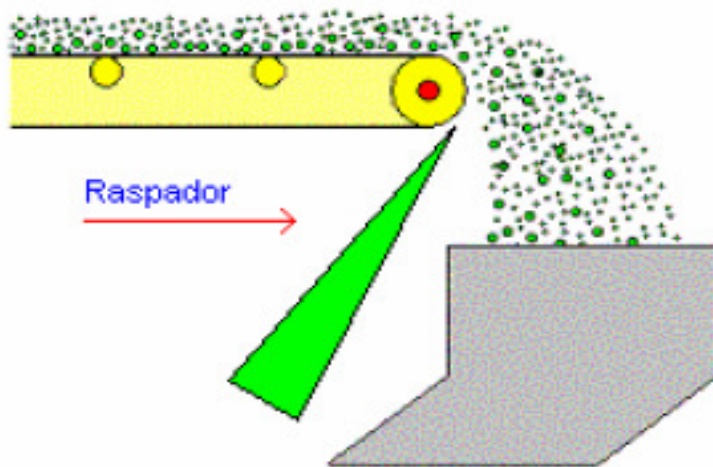
Para que todas as partículas tenham chance de se tornarem parte da amostra principal (princípio fundamental da amostragem), a norma brasileira¹⁴ determina requisitos de projeto de sistemas de amostragem no fluxo de descarga de uma correia transportadora: a) corte de uma seção transversal completa, sendo importante a presença do raspador para evitar perda de material durante a coleta do incremento, conforme figura 5; b) a abertura do cortador deve atender ao maior entre os seguintes critérios: três vezes o tamanho máximo nominal do minério, ou 30mm para amostragem primária e 10mm para estágios subseqüentes, conforme figura 6; c) a velocidade do cortador da amostra não deve exceder 0,6m/s; d) o cortador deve se deslocar

¹³ PITARD, Francis F. *Pierry Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*. 2nd edition. Washington: CRC Press, 1993. p 97

¹⁴ Projeto 41:000.001.001, *Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostras*. ABNT/CB41 – Comitê Brasileiro de Minérios de Ferro, 2002. p 5

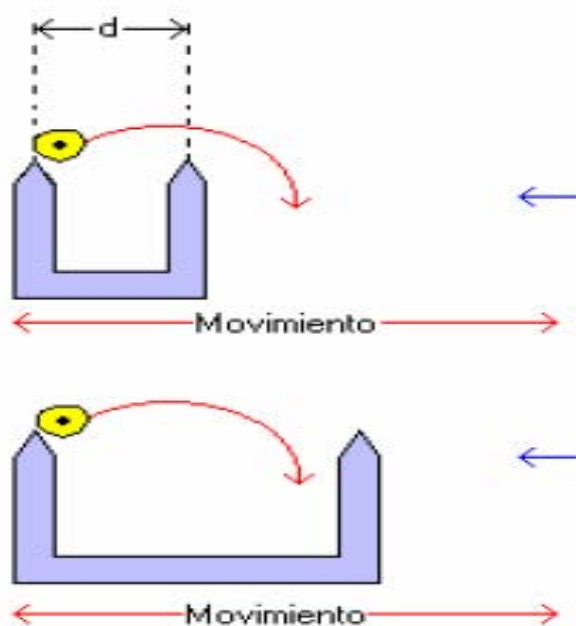
através do fluxo de minério a uma velocidade constante e, no seu fim de curso, deve se posicionar fora do fluxo de minério; e) as facas do cortador de amostra devem ser paralelas para amostradores de movimento retilíneo, condição que deve ser mantida durante a vida útil das facas; f) as alterações no teor de umidade, perdas de poeira e contaminação de amostra devem ser evitadas; g) as quedas livres devem ser minimizadas.

Figura 5 - Corte de seção transversal com presença de raspador



Fonte: SIRONVALLE, 2002.

Figura 6 - abertura do cortador



Fonte: SIRONVALLE, 2002.

1.7.4 - Critérios gerais de projetos para cortadores primários

Segundo ABNT¹⁵, para evitar o vício o amostrador primário deve satisfazer os seguintes critérios de projeto: a) o material amostrado não deve transbordar ser lançado ou perder ultrafinos; b) o escoamento da amostra através do cortador não deve ser impedido, quando a taxa de fluxo de minério for máxima; c) os cortadores tipo caçamba devem ter capacidade suficiente para acomodar a massa do incremento obtida, quando a taxa de fluxo do minério for máxima; d) não deve haver obstrução ou retenção de material residual no cortador de amostra, ou seja, o cortador deve esvaziar-se completamente; não deve haver contaminação ou introdução de materiais alheios à amostra para dentro do cortador; e) durante a coleta do incremento não deve haver alteração significativa da qualidade da amostra¹⁶; f) o cortador de amostra deve coletar uma seção transversal completa do fluxo de minério posicionando-se, no seu fim de curso, fora do fluxo de minério; g) o cortador da amostra deve interceptar o fluxo de minério em um plano perpendicular ou ao longo de um arco normal à trajetória do fluxo; h) o cortador de amostra deve atravessar o fluxo de minério com uma velocidade constante, não desviando mais que 5% em qualquer ponto; i) a geometria da abertura do cortador deve ser tal que o tempo de corte em qualquer ponto do fluxo seja igual, não desviando mais que +/- 5%¹⁷; j) o plano de abertura de corte não deve ser vertical ou quase vertical.

1.7.5 - Amostragem de fluxos contínuos

No caso particular de lotes unidimensionais comuns no ambiente de usinas de beneficiamento de minérios, como fluxos de polpa ou material britado sobre transportadores de correia, há três maneiras de se amostrar¹⁸ correspondentes a diferentes famílias de amostradores automáticos: 1) coletando-se parte do fluxo, parte do tempo, ex.: amostragem pontual e manual em transportadores de correia; 2) coletando-se parte do fluxo, todo o tempo,

¹⁵ Idem. p 17

¹⁶ p.e. degradação das partículas, alteração do teor de umidade.

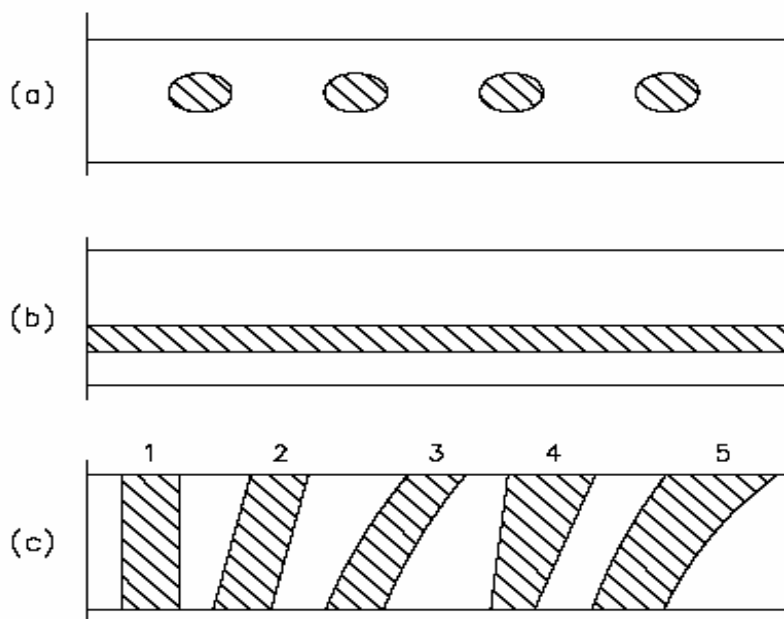
¹⁷ p.e. cortadores retilíneos devem ter facas paralelas.

¹⁸ CHIEREGATI, Ana Carolina. *Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros* / Ana Carolina Chieregati. Edição Revisada. São Paulo, 2007.p 45

ex.: amostradores tubulares inseridos na tubulação de polpa; 3) coletando-se todo o fluxo, parte do tempo, ex.: amostradores corta-fluxo.

A figura 7 demonstra: a) amostragem de parte do fluxo, parte do tempo; b) amostragem de parte do fluxo, todo o tempo; (c) amostragem de todo o fluxo, parte do tempo.

Figura 7 - Amostragem de fluxos contínuos



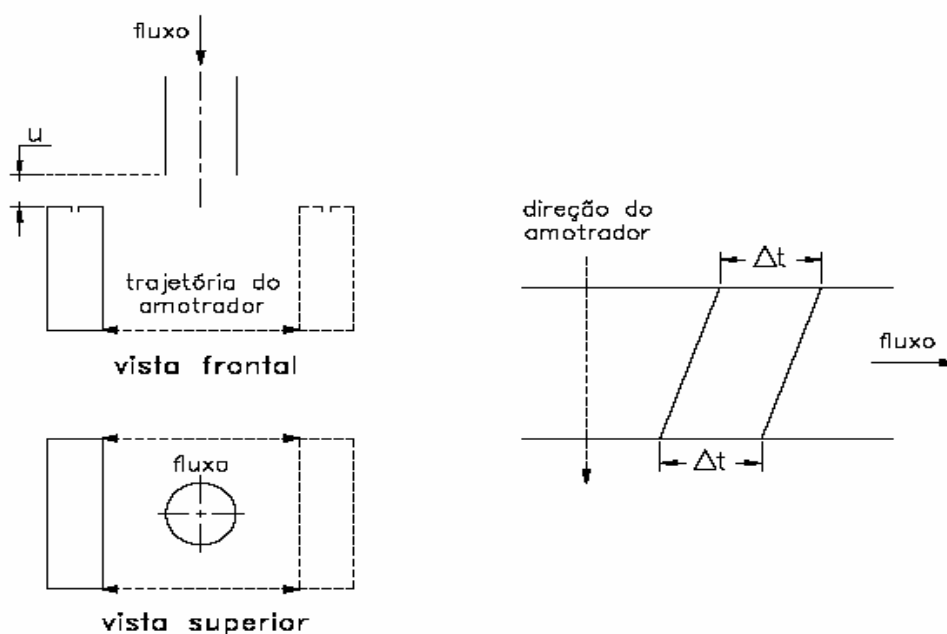
Fonte: PITARD, 1993.

Note-se que, mesmo que o regime do fluxo seja totalmente turbulento (i.e. aleatório), o fato de se introduzir um obstáculo ao material (o amostrador) irá reestruturar o fluxo de uma maneira não-previsível. Esta reestruturação resultará em uma amostragem preferencial e, logo, incorreta. Portanto, das três maneiras de amostrar acima descritas, apenas a terceira (coletando-se todo o fluxo, parte do tempo) pode garantir amostras corretas; e somente no caso de instalações apropriadas do amostrador e em condições apropriadas de uso. Na prática, todos os amostradores tipo corta-fluxo podem ser projetados de tal maneira a fornecer uma delimitação correta da amostra e, assim, tornam-se capazes de executar amostragens com uma probabilidade igual para todos os setores do fluxo.

1.7.5.1 - Amostradores Corta-Fluxo de Trajetória Retilínea

Também chamados amostradores de faca, são em geral corretos no que diz respeito ao projeto, mas desde que certas condições de uso sejam atendidas. Essas condições, estabelecidas por Gy, ajudam a controlar os efeitos que o complexo mecanismo dos fragmentos coletados pelo amostrador pode ter sobre a representatividade da amostra: 1) a abertura da faca deve ser três vezes maior que o diâmetro d do maior fragmento, com um valor mínimo de 10 mm quando d é menor que 3 mm; 2) deve-se calcular a velocidade máxima permitida para o amostrador, de acordo com sua abertura. Além das condições acima, deve-se assegurar que o fluxo seja cortado por um comprimento Δt constante, de modo que o incremento coletado forme um paralelogramo inclinado, como mostra a figura 8. Na amostragem de fluxos cadentes, a faca deve estar distante do fluxo, de modo a permitir que o motor acelere antes de alcançar o fluxo. O amostrador deve cortar todo o fluxo, e este deve cair exatamente no centro da faca. A distância u entre o ponto de descarga do fluxo e o plano descrito pela faca deve ser mínima, porém, de pelo menos de três vezes o diâmetro d do maior fragmento. No caso de partículas finas, esta distância deve seguir a seguinte regra: $u = 3d + 1$ cm.

Figura 8 – Geometria correta de um amostrador corta-fluxo de trajetória retilínea



Fonte: Pitard, 1993.

Nessas condições, e assumindo que todas as outras condições de correção sejam satisfeitas¹⁹, todos os fragmentos do fluxo serão submetidos à seleção durante o mesmo período de tempo. Portanto, a probabilidade **P** de amostragem será uniforme para todos os fragmentos, independentemente de sua posição no fluxo. Este tipo de amostragem é extremamente recomendado por François-Bongarçon & Gy (2002)²⁰, sendo a melhor escolha para a amostragem de fluxos em usinas de beneficiamento de minérios. Entretanto, este tipo de amostrador pode se tornar um amostrador incorreto se: 1) sua faca for feita por material frágil, podendo ser danificada pelo impacto dos fragmentos; 2) o amostrador for obstruído por material fino ou lama que se acumula nas extremidades fechando parte da abertura da faca. Uma manutenção preventiva incluindo limpeza periódica da faca é uma solução simples para este problema.

1.7.6 - Massa do incremento

A massa do incremento m_1 , em quilogramas, a ser coletada por um amostrador primário do tipo cortador do fluxo é expressa por: $m_1 = \frac{ql}{3,6vc}$. Onde:

q é a taxa de fluxo do minério na correia transportadora, em toneladas, por hora; l é a abertura do cortador do amostrador primário; vc é a velocidade do cortador primário, em metros por segundo. Portanto, a massa mínima do incremento que pode ser coletada, evitando-se a ocorrência de vício, é determinada pela abertura mínima do cortador e a velocidade máxima do cortador.

1.7.7 - Massa da amostra

A massa mínima da amostra pode ser calculada em função do erro fundamental e da variância por três métodos que diferem entre si,

¹⁹ fluxo movendo-se a uma velocidade constante, amostrador movendo-se a uma velocidade constante, todo o fluxo passando sem dificuldades pela abertura da faca.

²⁰ Apud CHIEREGATI, Ana Carolina. *Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros* / Ana Carolina Chierigati. Edição Revisada. São Paulo, 2007.p 47

principalmente ²¹ pela quantidade de trabalho experimental requerido e, conseqüentemente pelos custos e tempo envolvidos nessa busca de precisão.

O método de determinação da amostra mínima baseia-se em ensaios exploratórios para a determinação da variabilidade do material e é adequado para o caso da variabilidade seguir uma distribuição normal. As premissas são que o material a ser amostrado esteja homogeneizado e que não existam erros inerentes às ferramentas de amostragem ou equipamento de cominuição, e que as partículas individuais tenham a mesma probabilidade de serem amostradas, conforme expresso em:

$$S_a = \sqrt{d^3 \cdot Q \cdot \left(\frac{1}{w} - \frac{1}{W} \right) \cdot l \cdot f \cdot h}$$

Onde: S_a = Estimativa do erro total de amostragem; d = diâmetro máximo das partículas no material a ser amostrado; normalmente aproximado à abertura de peneira, em centímetro, que retém 5% do material; Q = fator de composição mineralógica, em g/cm³; w = massa mínima da amostra, em gramas; W = massa do lote a amostrar, em gramas; l = fator de liberação do mineral, adimensional; f = fator de forma das partículas, adimensional; h = fator de distribuição de tamanho das partículas, adimensional.

Para o caso da massa a ser amostrada ser muito grande, podemos considerar $1/W$ tendendo a zero. Logo, teremos:

$$S_a = \sqrt{\frac{d^3 \cdot f \cdot l \cdot c}{w}}$$

Separando w , em função da variância, temos então a massa mínima amostral: $w = \frac{g \cdot d^3 \cdot f \cdot l \cdot c}{An}$, onde An é a estimativa da variância total que pode ser obtida pela tabela no Anexo I.

O fator Q é o produto da média ponderada dos pesos específicos das partículas e os teores do mineral de interesse dos pesos específicos das partículas e os teores do mineral de interesse (x) e ganga ($100-x$).

$$c = (1-a) / a \left[(1-a) \rho_1 + a \rho_2 \right]$$

Onde: a = teor do mineral minério, em g/cm³; ρ_1 = densidade do mineral minério, em g/cm³; ρ_2 = peso específico da ganga, em g/cm³.

²¹ GY, Pierre M. *Sampling of Particulate Materials*. 2nd edition. New York: Elsevier, 1979. p 254

O parâmetro l está relacionado com o grau de liberação do minério e pode ser aumentado até o limite de 1 através da cominuição. Logo, l pode variar de zero a 1, mas Gy²² sugere por proposições práticas que nunca se use $l < 0,03$, e que o parâmetro raramente é estimado experimentalmente, mas sim pela fórmula envolvendo o diâmetro de liberação, baseada em estudos práticos com vários minérios:

$$\text{Se } d \leq d_0 : l = 1,$$

$$\text{Se } d > d_0 : l = \sqrt{\frac{d_0}{d}},$$

Onde: d = maior diâmetro das partículas do material em cm; d_0 = maior diâmetro das partículas que assegure a liberação do mineral minério.

O fator de forma f existe para corrigir o efeito do formato das partículas no peneiramento, uma vez que durante a cominuição podem ser liberados em forma de placas e agulhas, o que atribuirá erradamente um valor alto para a partícula durante a análise granulométrica. Gy considera que deve ser aplicado o valor de 0,5 para um grande número de materiais, sendo os minérios aluvionares de ouro a única exceção importante. Para esses é empregado o valor de 0,5 para partículas esféricas e 0,2 para partículas alongadas²³.

O fator de distribuição de tamanho h varia de 0,17 a 0,40 com média de 0,25, de acordo com GY²⁴, para os mais modelos de distribuição de tamanho. Como é prática usual referir o tamanho (d_{95}) das partículas pela abertura da peneira que retém 5% do material, apenas as partículas maiores na distribuição são utilizadas no cálculo do erro de amostragem, desprezando-se as partículas menores. Como S_a é proporcional a d^3 , as partículas maiores levam a estimativas que implicam em amostras de tamanho excessivo. Sendo assim LUZ²⁵ recomenda $h = 0,25$ para minérios que tenham sido cominuídos para passar numa peneira; e $h = 0,5$ para finos que tenham sido removidos com a utilização da peneira seguinte da série, isto é, para minérios com granulometria compreendida entre duas peneiras sucessivas.

²² Idem. p 261

²³ Ibidem. p 263

²⁴ Idem Ibidem. p 263

²⁵ LUZ, Adão Benvindo da. *Tratamento de Minérios*. 4ª Edição. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004. p 29

1.8 - Análise de Variância

Nos testes de hipóteses comumente conhecidos compara-se duas médias, por exemplo, dois procedimentos, dois tipos de matéria-prima, dois fornecedores, e assim por diante. Contudo, há situações onde se deseja comparar várias médias, cada uma oriunda de um grupo diferente. Esses grupos poderiam ser cinco máquinas de corte, ou quatro pressões de operação, ou como é o caso em questão, comparação de médias em três situações de amostragem para um mesmo material. Poder-se-ia comparar as médias duas a duas, mas isso exigiria muitos testes e, se cada teste fosse feito usando um nível de significância α , é fácil demonstrar que o nível global de significância atribuído às conclusões seria invariavelmente maior do que α . Esperar-se-ia que, independentemente do lote, as médias fossem iguais. Mas até que ponto a diferença entre as médias dos lotes observadas são suficientemente grandes para serem tomadas como evidência de que a produção dos lotes é suficientemente diferente? É preciso outro procedimento que mantenha o nível de significância estabelecido. Tendo em vista a necessidade de conceitos específicos de estatística aplicados ao desenvolvimento do estudo proposto, proceder-se-á a uma sucinta exposição de uma ferramenta utilizada para comparação de médias de um número maior que dois grupos²⁶. Esse procedimento é a Análise de Variância. No modelo com níveis fixos, os efeitos dos grupos são definidos como desvios da média geral, tais que:

Ho: As médias são iguais

H1: As médias são diferentes

Ou, estatisticamente falando...

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$

H1: $\mu_i \neq \mu_j$ pelo menos uma média difere

O princípio básico da análise de variância é comparar a variação entre os grupos com a variação dentro dos grupos. Isto é, se a diferença entre as médias dos lotes for muito maior que a variabilidade dentro do lote, os lotes têm médias diferentes. Caso contrário, se as diferenças dentro de cada lote (variabilidade) forem maiores que a diferença entre eles, a variação entre as

²⁶ MONTGOMERY, Douglas; PECK, Elizabeth A. *Introduction to Linear Regression Analysis*. 2nd ed. Wiley-Interscience: 1992

médias foi devida ao acaso (erro experimental ou residual). Para realizar a análise de variância é preciso calcular:

- a) os graus de liberdade: graus de liberdade total ($n - 1$); graus de liberdade dos grupos ($K - 1$); graus de liberdade do resíduo ($n - k$)
- b) o valor do termo de correção C , dado pelo total geral elevado ao quadrado e dividido pelo número de observações: $C = \frac{(\sum Y)^2}{n}$
- c) a Soma dos Quadrados Total: $SQT = \sum Y^2 - C$
- d) a Soma dos Quadrados dos Grupos: $SQgr = \frac{\sum T^2}{r} - C$
- e) a Soma dos Quadrados do Resíduo: $SQR = SQT - SQg$
- f) o Quadrado Médio dos Grupos: $QMgr = \frac{SQgr}{k - 1}$
- g) o Quadrado Médio dos Resíduos: $QMR = \frac{SQR}{n - k}$
- h) o valor de F (a estatística do teste, ou seja, F calculado): $F = \frac{QMgr}{QMR}$

Uma maneira prática de resumir os dados para análise é a tabela ANOVA apresentada abaixo, na qual SQ é a soma de quadrados, GI é grau de liberdade, QM é quadrado médio e F_{calc} é o quociente $\frac{QMgr}{QMR}$.

Tabela 1 - Tabela de Análise de Variância (Tabela ANOVA)

Causas de variação	SQ	GI	QM	Fcal
Entre os grupos				
Dentro dos grupos(resíduo)				
Total				

Para testar a hipótese referente ao efeito dos grupos, usa-se a distribuição F (teste F), modelo adequado para a distribuição do quociente de duas variâncias. A partir do quociente entre $MQgr$ e MQR pode ser demonstrado que, se *não há efeito dos grupos*, esse quociente deve ser próximo de 1 (um). Caso contrário, se *há efeito dos grupos*, esse quociente será significativamente maior que 1. O limite de decisão é estabelecido usando os valores tabelados da distribuição F , ou seja, usando:

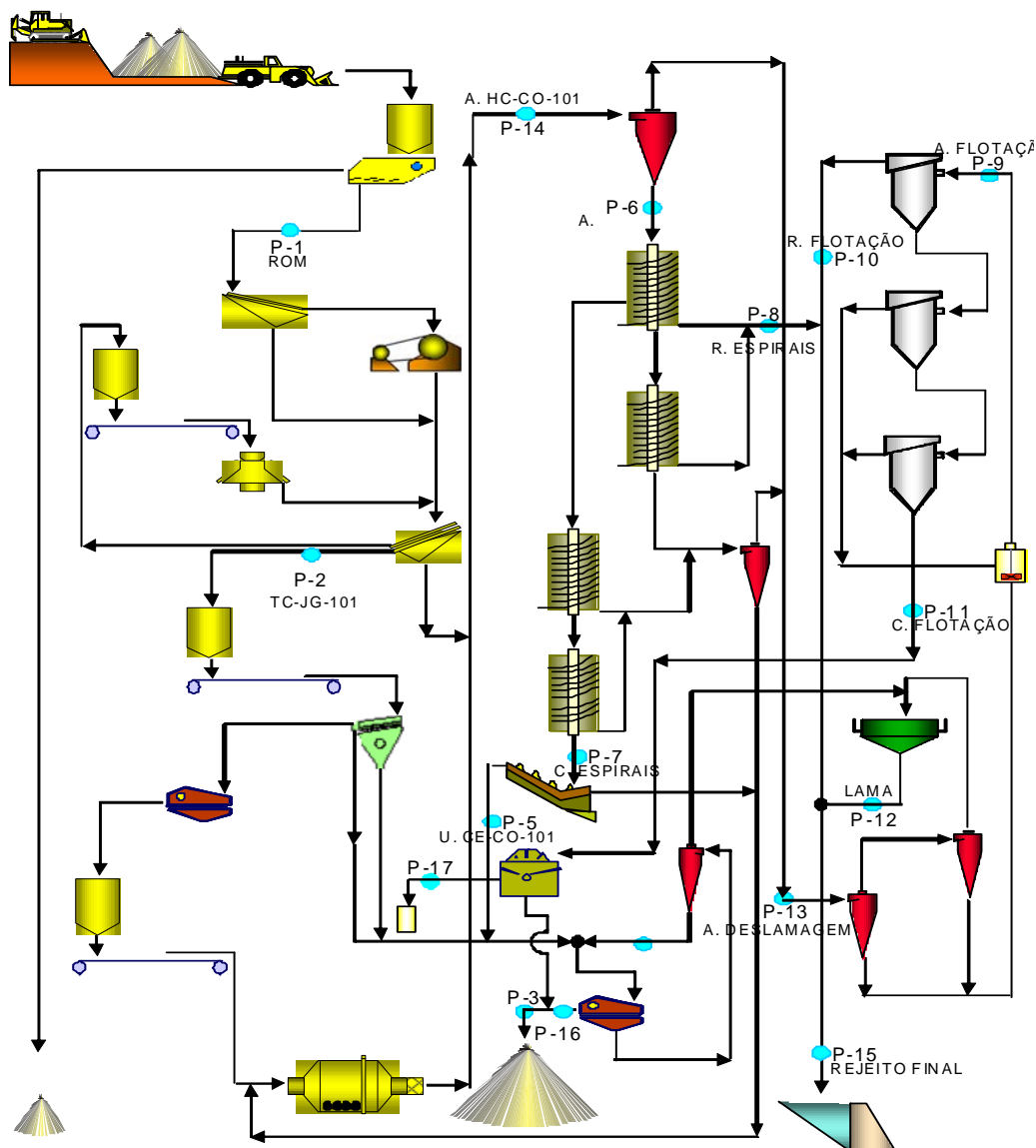
$$F_{,k-1,n-k}$$

A hipótese nula $\mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$ será rejeitada sempre que F calculado for maior que o valor tabelado.

Capítulo 2 - Sistema de Amostragem na Usina em Estudo

Este estudo aborda o sistema de amostragem (coleta incremento) de produto final de uma Unidade de Tratamento de Minério de Ferro do quadrilátero ferrífero para jazidas de itabiritos pobres, ou seja, teores médios de ferro de aproximadamente 42% de ferro. A planta da UTM foi projetada para tratamento de rochas itabiríticas com um ROM de 41,93% de Fe, capacidade anual inicial de 1,5Mt para produção de uma mistura de sinter e pellet feed com 4,3% de SiO₂ em média. A UTM dispõe, basicamente, de quatro processos unitários: britagem e moagem; concentração gravimétrica com um jigge Remmer, espirais concentradores e concentrador helicoidal; e flotação. O fluxograma da UTM é representado na figura 9:

Figura 9 – fluxograma da Usina em Estudo

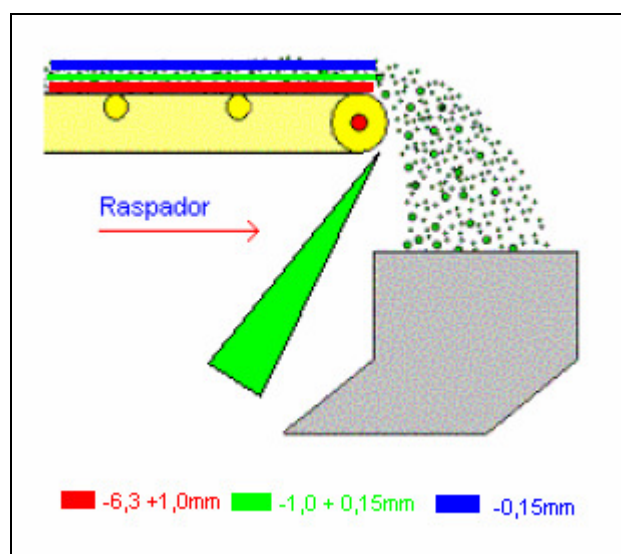


O ponto de amostragem escolhido foi o P-3, que trata da amostragem do produto final e pode ser localizado na parte inferior da figura 9 logo acima do cone de produto. Uma particularidade desse produto é que três materiais distintos, tanto no que tange à granulometria quanto à química e umidade, são transportados simultaneamente no mesmo transportador de correia, amostrados juntamente no ponto de transferência desta correia e empilhados na mesma pilha formando um só produto para o cliente final. São eles nas seguintes qualidades e quantidades na ordem de empilhamento na situação de operação atual:

Tabela 2 - Características do Material

Empilhamento	Granulometria	% SiO ₂	% massa
1º	-6,30 + 1,00mm	8,0	37,5
2º	-1,00 + 0,15mm	5,0	37,5
3º	-0,15 + 0,01mm	1,5	25,0

Figura 10 - Ordem de Empilhamento no TC



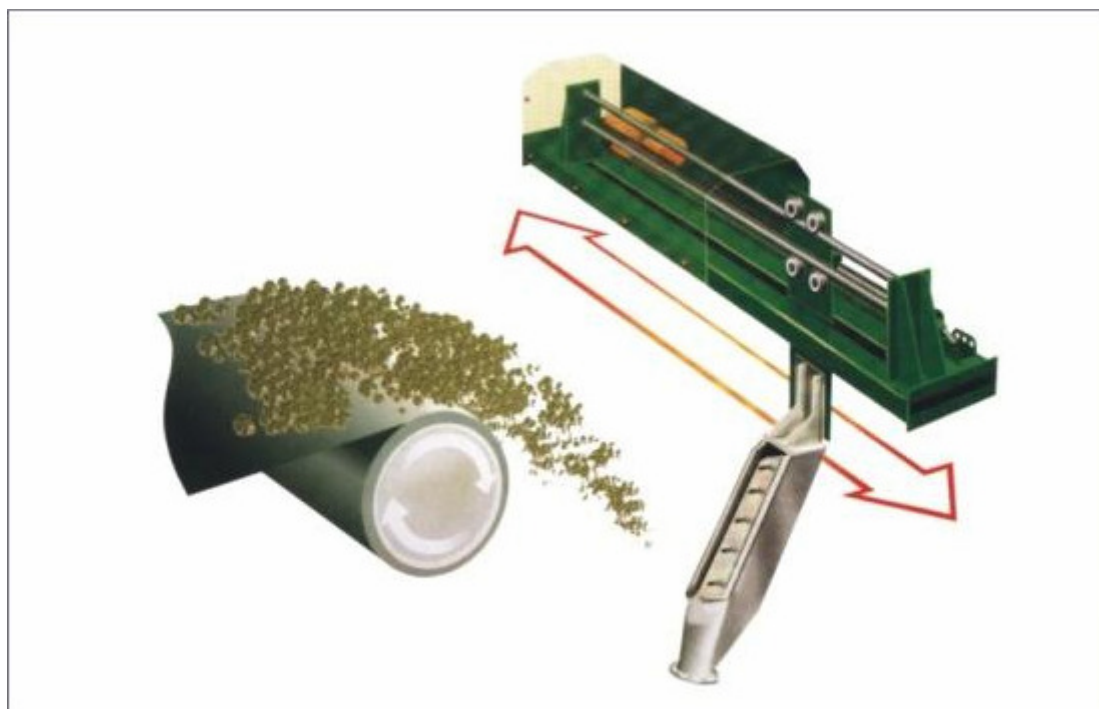
A amostragem é sistemática base tempo com cortes em intervalos regulares de 30 minutos, compondo uma amostra a cada duas horas. Os incrementos médios de 4 kg variando em função da tonelagem horária do transportador de correia. Os resultados são ponderados em relação à massa representada pela amostra. Os dados de trabalho do ponto de instalação do amostrador estão organizados na tabela 3 e contemplam as situações extremas às quais pode ser solicitado o amostrador:

Tabela 3 - Característica de Trabalho

ITEM	CARACTERÍSTICAS	Minério
01	Carga Máxima (t/h)	220
02	Carga Nominal (t/h)	180
03	Carga Mínima (t/h)	-
04	Velocidade do Transp. Correia (m/s)	1,2
05	Inclinação do Transportador de correia (°)	13,3
06	Largura (mm)	600
07	Inclinação dos roletes (°)	35
08	Top size (mm)	< 12,0
10	Densidade (t/m ³)	2,00
11	Umidade (%)	11,31
12	Angulo repouso (°)	n.a.
13	Análises a serem efetuadas	Química, Física e H ₂ O

O equipamento utilizado é um amostrador primário tipo cortador instalado na extremidade de descarga do transportador de correia que está próxima ao ponto de pesagem. Ele é projetado para coletar incrementos através do corte de uma seção transversal completa do fluxo de minério, atravessando-o a uma velocidade constante. Os incrementos são coletados de um fluxo em queda pelo dispositivo mecânico.

Figura 11 – Amostrador primário tipo cortador



Fonte: www.engendrar.com.br

Capítulo 3 - Estudo de Caso

Neste capítulo procederemos à delimitação do problema identificado na UTM abordada neste estudo, à definição dos objetivos do estudo, à quantificação do problema, à investigação das causas e construção das hipóteses, e à definição e verificação de propostas para a adequação do sistema de amostragem ao padrão necessário de confiabilidade e eficiência.

3.1 - O problema de uma Usina de Tratamento de Minério de Ferro

Nos dias atuais, a necessidade de fabricação de produtos com qualidade assegurada faz com que os procedimentos e equipamentos empregados para o controle da qualidade cada vez tenham que apresentar resultados mais confiáveis. Assim a adequação dos sistemas de amostragem às normas internacionais de amostragem tornou-se fundamental para relações de confiança entre cliente e fornecedor.

O problema verificado no controle de qualidade do produto final de uma usina de minério de ferro do quadrilátero ferrífero foi a significativa diferença entre os resultados dos teores de sílica na amostragem na usina com os resultados teores de sílica do minério do cliente. Isso acarreta diversas dificuldades com relação a: confiança do cliente, custo com a duplicação do processo de amostragem, desperdício de mão-de-obra, e base de dados não confiável para o trabalho da equipe de engenharia de processo da usina.

3.2 - Objetivos do estudo

Identificado o problema, propôs-se adequar a amostragem do produto final da Unidade de tratamento de minério. Para tanto, foi delimitado como escopo realizar uma revisão bibliográfica com foco na amostragem de material particulado, o diagnóstico de situação atual, e a adequação do processo de amostragem de produto à norma e às técnicas definida nas referências bibliográficas consultadas.

Visando à melhora dos resultados, propôs-se uma meta de 1,5 no teste estatístico F na comparação dos resultados da usina com o do laboratório certificado do cliente, esperando com a conclusão do trabalho maior confiança do cliente no produto fornecido pela Unidade de Tratamento de Minério, menor custo para o conjunto com a eliminação da amostragem duplicada, e uma base de dados mais confiável para a atuação da equipe de Engenharia de Processo no ajuste de parâmetros na usina.

3.3 - Quantificação do problema

Para o período de 02/01/2009 à 13/04/2009 foram comparados os resultados de % de SiO₂, nas entregas ao cliente, para três pontos de amostragem entre o fornecedor e cliente através da análise de variância (teste F) de comparação de médias. Obteve-se o resultado da tabela ANOVA abaixo:

Tabela 4 – tabela Anova: período de 02/01/2009 à 13/04/2009

Anova: fator único							
RESUMO							
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>			
P3	40	133,83	3,35	0,36			
Envio Mina	40	161,56	4,04	0,90			
Cliente	40	169,34	4,23	0,45			
ANOVA							
<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>	
Entre grupos	17,42	2,00	8,71	15,23	0,00	3,07	
Dentro dos grupos	66,91	117,00	0,57				
Total	84,33	119,00					

Como se pode perceber o F calculado (15,23) é muito maior que o F crítico (3,07), indicando que as médias não são estatisticamente iguais; logo os valores de teor de sílica para o mesmo material amostrado em pontos diferentes é diferente.

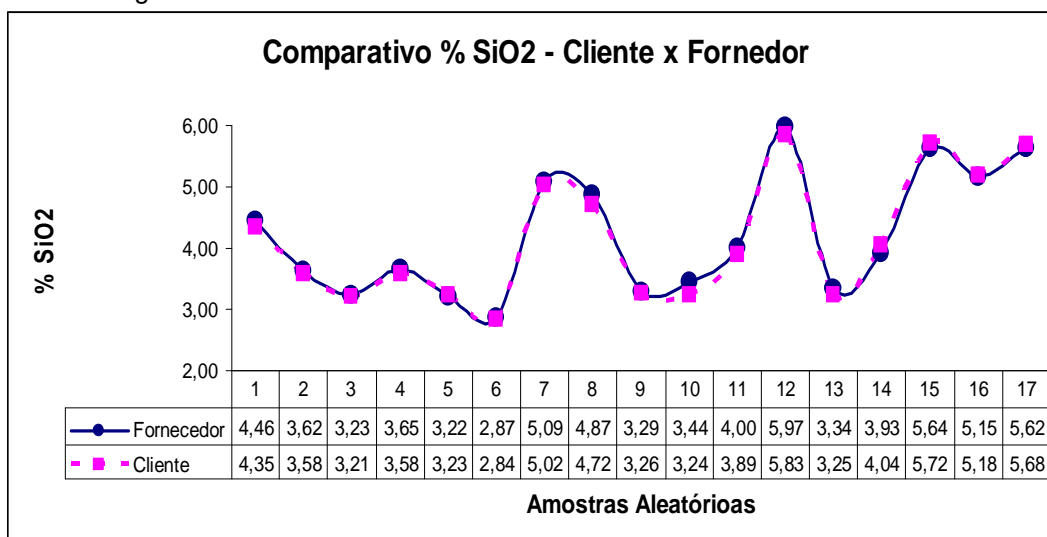
3.4 - Investigação das causas e construção das hipóteses

Sabido o efeito, buscou-se uma investigação do processo com o objetivo de identificar as causas de tais diferenças. Para tanto, recorreu-se à divisão do problema maior em partes e à definição de hipóteses.

3.4.1 - Divisão do problema

Conforme anteriormente exposto na revisão bibliográfica, o controle de qualidade da indústria mineral se divide em três etapas: (*i*) Amostragem ou seleção da amostra; (*ii*) Preparação da Amostra; (*iii*) Análise da amostra preparada. Partindo do fato de o laboratório do fornecedor ser derivado²⁷ do laboratório do cliente e este ter todo seu processo físico e analítico certificado internacionalmente e por auditorias externas de grandes fornecedores de minério, a primeira hipótese é de que não havia problema nas fases (*ii*) e (*iii*). Para validar essa hipótese e diminuir o universo de investigação, foi proposto pela equipe fazer um “*check análise*”, ou seja, analisar (rota analítica) a amostra preparada²⁸ pelo laboratório do cliente no laboratório do fornecedor; e para dezessete amostras escolhidas aleatoriamente obteve-se o resultado descrito nas tabelas 5 e 6 a seguir:

Tabela 5 – gráfico de resultado *Check Análise* Externo



²⁷ Projeto de processo tanto da rota do laboratório físico quanto analítico, supervisor da equipe e 96% dos membros vindos do laboratório do cliente, todo o processo de padronização e treinamento inclusive *on the job training* com minérios da Usina em estudo e de outros fornecedores.

²⁸ Divisor RSD (3 passagens), obter 1,5kg britar a 9,5mm, levar toda a massa britada para o moinho de rolos levando a -1,0mm, em seguida passar pelo Rifles três vezes obtendo uma massa de 100 a 120g que é levada ao moinho de painéis do qual, uma massa de 25g é enviada para o laboratório analítico via plasma (emissão atômica).

Tabela 6 – tabela Anova resultado *Check Análise* Externo

Anova: fator único				
RESUMO				
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância
Fornecedor	17	71,39	4,20	1,00
Cliente	17	70,62	4,15	1,03

ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	0,02	1	0,02	0,02	0,90	4,15
Dentro dos grupos	32,42	32	1,01			
Total	32,44	33				

Como se pode constatar pela análise de variância, o F calculado (0,02) é significativamente menor que o F crítico o que nos permite falar que os resultados dos teores de SiO₂ do fornecedor e cliente são estatisticamente iguais. Com isso, eliminamos a parte analítica do foco da investigação. Também foi realizado um *check análise* interno para detectar problemas no cumprimento de padrões pelos analistas do laboratório. Repetindo-se a análise da duplicata de vinte e quatro amostras por outro analista obtendo os resultados abaixo demonstrados nas tabelas 7 e 8.

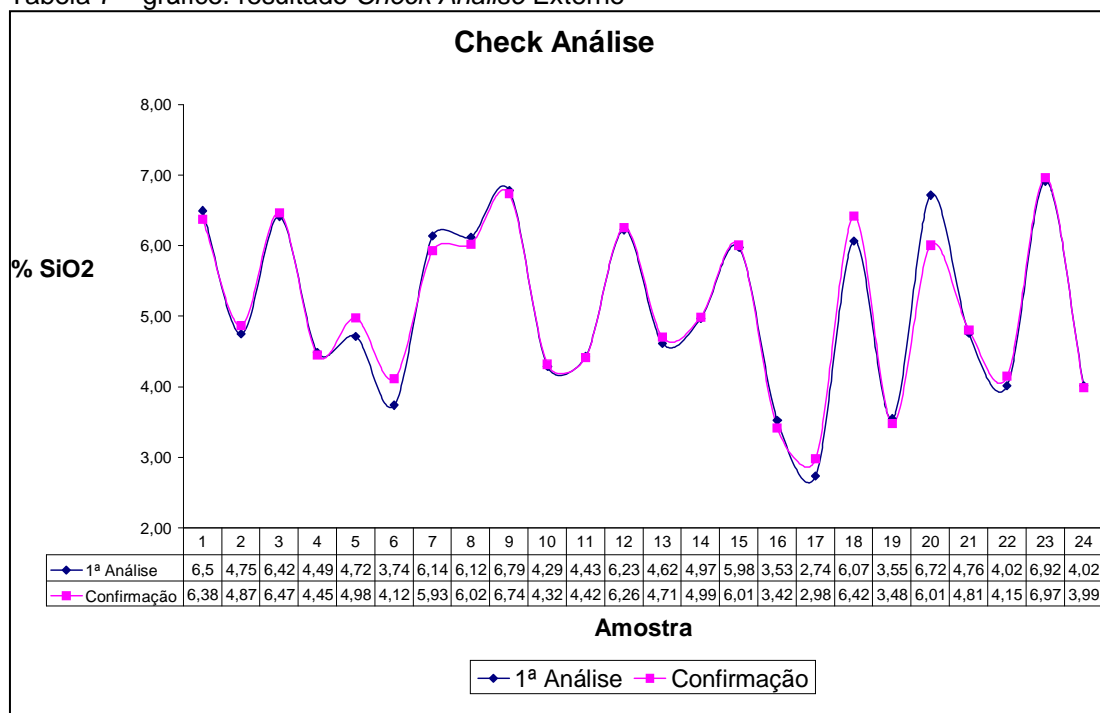
Tabela 7 – gráfico: resultado *Check Análise* Externo

Tabela 8 – tabela Anova resultado *Check Análise* Externo
Anova: fator único

RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
6,50	23	116,02	5,04	1,47
6,38	23	116,52	5,07	1,33

ANOVA

<i>Fonte da variabilidade</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,01	1	0,005	0,00389	0,95	4,06
Dentro dos	61,47	44	1,397			
Total	61,47	45				

Observe-se que os resultados foram estatisticamente iguais sendo aceitáveis os desvios dos resultados das análises de diferentes operadores. Sendo assim focaremos nossa análise na hipótese de haver problemas mais significativos na etapa de amostragem ou seleção da amostra.

3.4.2 – Diagnóstico da Seleção da Amostra

Neste tópico procurar-se-á realizar um levantamento de todas as características do sistema de amostragem da Usina seguindo aspectos levantados na revisão bibliográfica; checando tanto a parte conceitual de procedimentos, quanto a parte de dispositivos de amostragem mecânica adequados para fluxos contínuos. A análise dos dados dimensionais e procedimento operacional, bem como das características do conjunto e suas influências, servirá como parâmetro para a determinação das adequações a serem implementadas no sistema de amostragem.

3.4.2.1 - Dados dimensionais e procedimento operacional

As características dimensionais principais de trabalho foram citadas na tabela 3. Os aspectos fundamentais de amostragem, no que se refere às dimensões praticadas, são: o tamanho do lote amostrado que é aproximadamente 1000 t correspondente a um turno de produção, para tanto são colhidos quatro incrementos de 6 kg em média de massa sendo a amostragem sistemática base massa com um incremento a cada 30 minutos colhido mecanicamente, mas com a intervenção do operador que tem que subir

na extremidade do transportador de correia e acionar o amostrador via botoeira. O resultado da qualidade do turno é dado pela ponderação em massa dos resultados das quatro amostras de cada turno de 8 horas e a mesma ponderação é feita para o dia com os resultados dos quatro turnos diários.

3.4.2.2 – Características do conjunto e suas influências

Tabela 9 – Características do conjunto e suas influências

ITEM	CARACTERÍSTICAS	Minério
01	Carga Máxima (t/h)	220
02	Carga Nominal (t/h)	180
03	Carga Mínima (t/h)	-
04	Velocidade do Transp. Correia (m/s)	1,50
05	Inclinação do Transportador de correia (°)	13,3
06	Largura (mm)	600
07	Inclinação dos roletes (°)	35
08	Top size (mm)	< 12,0
10	Densidade (t/m ³)	2,00
11	Umidade (%)	11,31
12	Angulo repouso (°)	N.I.
13	Análises a serem efetuadas	Química, Física e H ₂ O
ITEM	REFERENTE À AMOSTRAGEM	
01	Fechamento da Amostra (horas)	2
02	Tamanho lote (t)	440
03	Massa da amostra final requerida (Kg)	N. I.
04	Tempo dos incrementos Primário (min.)	6
05	Abertura do coletor primário (mm)	40
06	Faixa de regulagem das facas do coletor (mm)	-
07	Velocidade do coletor primário (m/s)	2,57
08	Numero de incrementos primários	20
09	Massa de cada incremento primário (Kg)	2,0
10	Massa da amostra primária (Kg)	40,0
11	Divisor Rotativo – Quantidade de caçambinhas	4
12	Massa da amostra por caçambinha (Kg)	10,0
13	Massa total no Divisor Rotativo (kg) (utilizadas)	40,0

Na tabela 9, o item 01 se refere à carga máxima suportada pelo transportador de correia (conjunto moto-redutor, roletes, correia, tensionadores). O item 02 refere-se à carga nominal que é o ritmo horário de operação (produção total/horas trabalhadas). O item 04 é importante, pois influencia o tamanho do incremento coletado. O item 08, *top size*, ou seja, o tamanho médio da segunda maior dimensão das partículas; é ele que determina a abertura entre as facas do amostrador linear. O item 10, densidade do material, influencia, principalmente, a massa e volume que impactam nas dimensões do

conjunto coletor e dimensões do quarteador da amostra primária. O fechamento da amostra dos quatro incrementos por duas horas gerou no levantamento de dados para o diagnóstico uma massa de 47,2kg. A aferição da abertura do coletor primário apresentou 16mm na parte onde as facas estavam mais próximas, 29mm nos pontos de maior abertura das facas; as quais não estavam paralelas e não obedeciam a um importante requisito da norma: que era de ser três vezes o tamanho da maior partícula, paralelas, formando um plano que intercepte o fluxo de minério com um ângulo de 90°. A velocidade de deslocamento do cortador primário se apresentou muito próxima ao limite permitido por Gy²⁹, que é de 0,6m/s. Foram feitas 5 tomadas de tempo para o cortador nos 900mm ida do corte gerando uma média de 0,58m/s. Porém, foi observado no deslocamento que o conjunto não se deslocava de maneira uniforme, principalmente pelo balanço apresentado no conjunto por folgas nas roldanas guia do dispositivo, fixação precária, e falta de tensionamento da corrente de tração do sistema de transmissão de movimento.

Figura 12 - Folga e falta de lubrificação



²⁹ GY, Pierre M. *Sampling of Particulate Materials*. 2nd edition. New York: Elsevier, 1979. p 201

O fluxo não era totalmente cortado (figura 13) e os principais motivos diagnosticados foram: umidade excessiva em alguns períodos, ineficiência do raspador secundário (figura 14) e aumento 77,7% tonelagem horária produzida.

Figura 13 - corte de fluxo

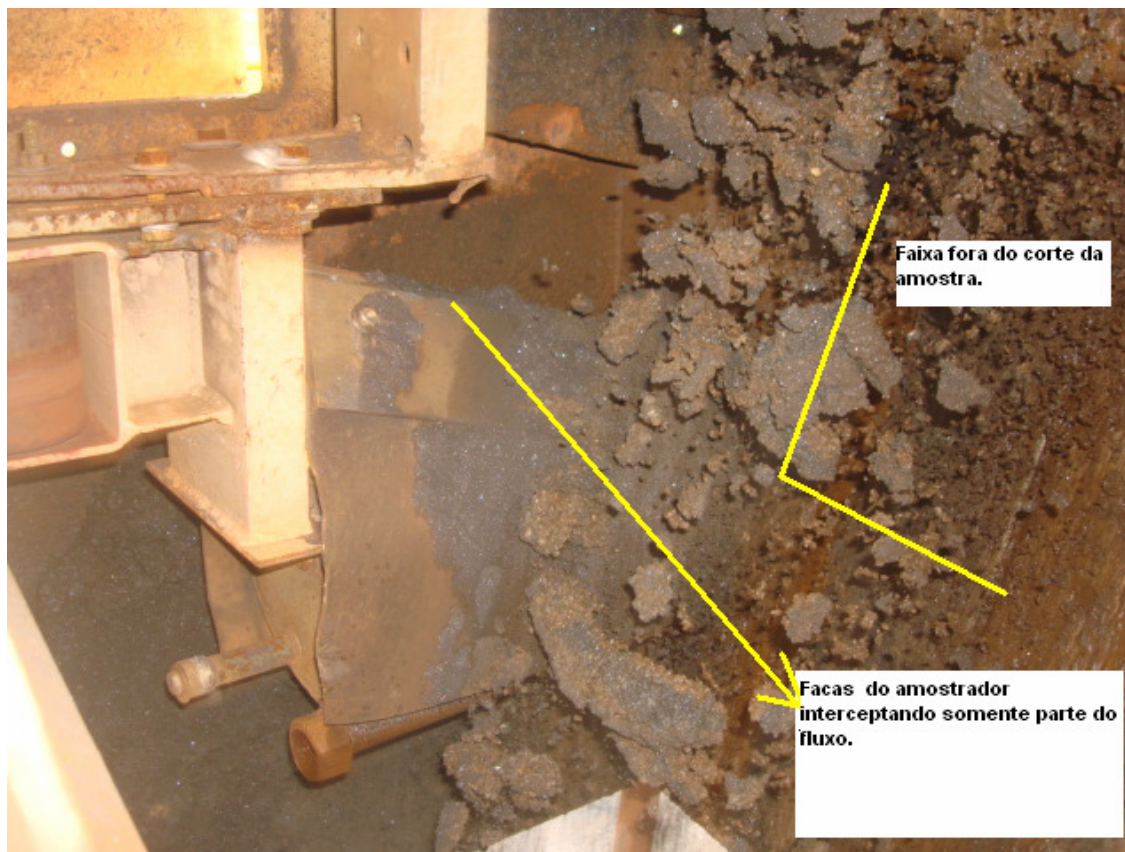
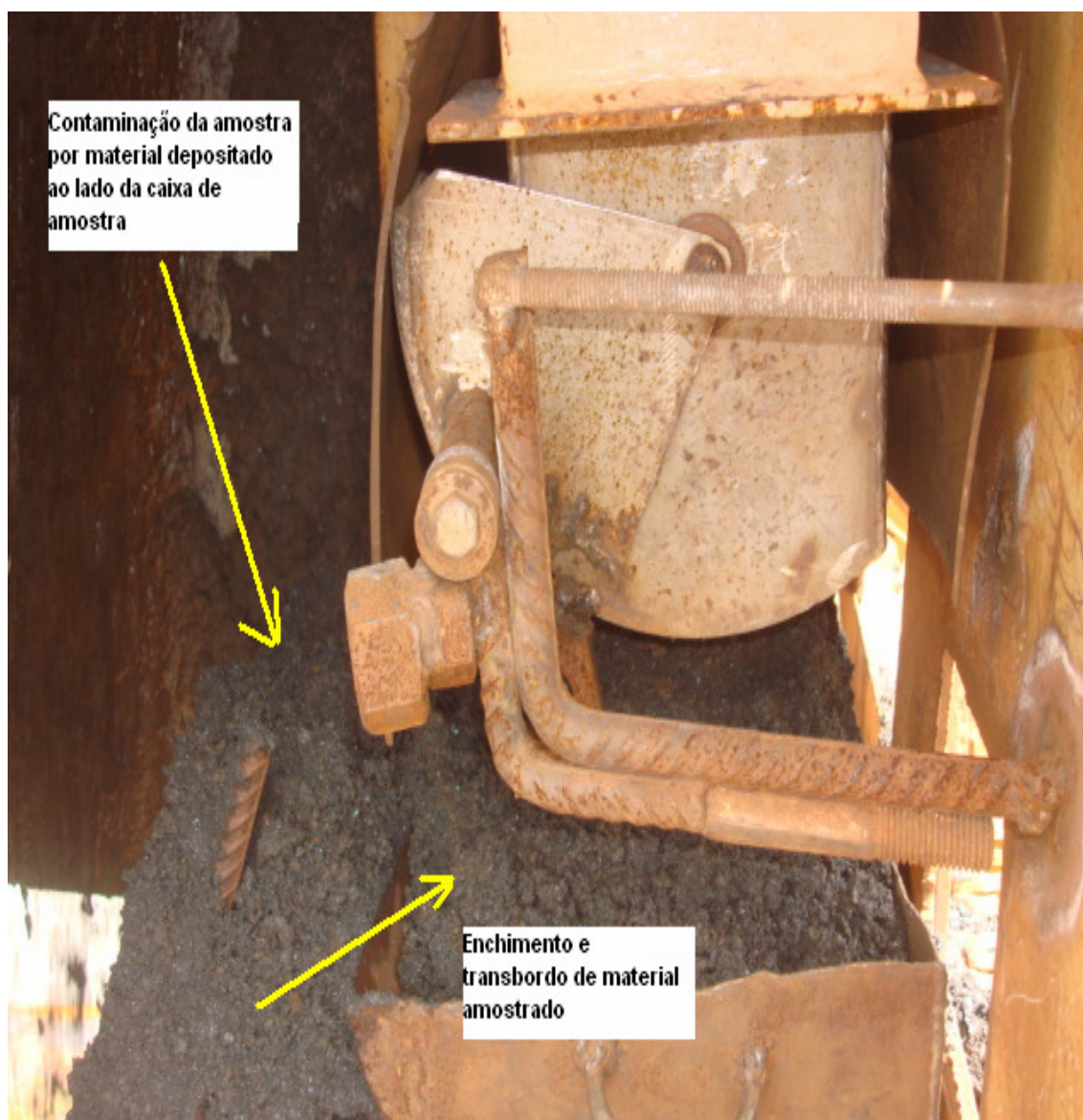


Figura 14 – Ineficiência do raspador secundário



O incremento era depositado automaticamente em um vasilhame para posterior coleta da amostra, e nesse aspecto foram detectados três principais problemas: enchimento excessivo (acima de 2/3 do copo), a não abertura completa para descarga total do incremento e a contaminação do incremento depositado com partículas provenientes do lançamento do minério da correia para pilha, conforme figura 15.

Figura 15 - incremento depositado em vasilhame para posterior coleta da amostra



3.5 – Adequações do Sistema

Com base nas análises realizadas nos tópicos anteriores deste estudo de caso, constatou-se a necessidade de implementação de melhorias mecânicas no conjunto amostrador para, posteriormente, realizar novos cálculos da massa amostral e da massa de incremento com o intuito de verificar os resultados obtidos a partir das adequações implementadas, e de definir os próximos passos para melhoria do sistema de amostragem de minério fino na UTM em questão.

3.5.1 – Melhorias Mecânicas no conjunto amostrador

Foi comprado outro conjunto coletor (Figuras 16a, 16b, 16c, 16d) com dimensões revistas para acomodar toda a amostra. O vasilhame de depósito dos incrementos foi aumentado (figura 18) e protegido (figura 17) da projeção de partículas vindas da produção.

Todo o conjunto coletor foi regulado e alinhado para que o movimento fosse o mais próximo possível do retilíneo uniforme durante o corte do incremento permitindo que o motor acelerasse ao máximo antes do corte do fluxo e começasse a parar somente depois de cortado o fluxo. A regulagem das lâminas foi soldada (ponto) para garantir a abertura mínima, o paralelismo e o corte em plano de 90° com o fluxo de minério ficando para a inspeção a conferência do desgaste, e do conseqüente aumento de abertura e desalinhamento de facas.

Foram enviadas para equipe modificações a serem inseridas no padrão de inspeção e manutenção do equipamento para garantir a ausência de folgas, problemas de lubrificação e desajustes nos raspadores que levem a alterações das condições mínimas de amostragem.

Foi alterado o padrão de operação de forma que o próprio operador responsável pela coleta dos incrementos faça periodicamente (no mínimo a cada duas coletas de amostras ou de acordo com inspeção visual) a limpeza do sistema utilizando a linha de ar comprimido e/ou a linha de água de processo (figuras 19 e 20).

Figura 16a - Novo conjunto coletor



Figura 16b – Novo conjunto coletor



Figura 16c – Novo conjunto coletor



Figura 16d – Novo conjunto coletor



Figura 17 – proteção contra projeção de partículas



Figura 18 – novo vasilhame para acúmulo de incrementos



Figura 19 - linha de água de processo



Figura 20 - linha de ar comprimido



Figura 21 - Padrão de limpeza periódica do amostrador



3.5.2 – Massa Amostral

Segundo equação de Gy citada na revisão bibliográfica $w = \frac{g \cdot d^3 \cdot f \cdot l \cdot c}{A_n}$, calculamos a massa amostral que seja representativa para o minério em questão:

$g = 0,25$ (fator de distribuição de tamanho da partícula);

$d = 1,2\text{cm}$ (dimensão da abertura da peneira que retém em média 5% do minério);

$f = 0,5$ (fator de forma);

$l = d/\sigma = 1,2/0,03 = 40 \Rightarrow l = 0,09$

$c = (1 - 0,5) / 0,5 [(1 - 0,5)5,2 + 0,5 \times 2,65] = 3,93$ (fator de composição mineralógica)

$A_n = 4,17 \times 10^{-6}$; (tabela do anexo 1)

$$w = \frac{0,25 \cdot 1,2^3 \cdot 0,5 \cdot 0,09 \cdot 3,93}{4,17 \times 10^{-6}} = 21,718\text{g}$$

Logo pela fórmula de Gy o tamanho de amostra mínimo para o lote em questão é de 22 kg indicando atendimento do sistema atual da usina para o tamanho amostral.

3.5.3 – Massa do incremento

Como apontado na revisão bibliográfica, a massa do incremento pode ser calculada pela fórmula $m1 = \frac{ql1}{3,6vc}$.

$$\text{Logo, temos: } m1 = \frac{184,0,03}{3,6 \cdot 0,6} = 2,5\text{kg.}$$

Como temos uma massa incremental de 2,5 podemos afirmar que a situação atual do amostrador atende à norma ABNT, mas gera uma massa amostral acima do requerido; o que exige mais capacidade de equipamento, mais energia para mover o sistema, maior esforço operacional para transportar

uma amostra acima do necessário e, conseqüentemente maior esforço no quarteamento dado na etapa de preparação da amostra. Para atender a essa massa amostral e não exceder a massa incremental a solução proposta é fazer com que o dispositivo do corte de fluxo descarrega a primeira passagem e só acumule quando do retorno para a descarga no vasilhame da amostra.

Buscando resolver questões humanas motivando o cumprimento de padrões mesmo quando da ausência de supervisão, foi instalado um tubo (figuras 22 e 23) para que amostra seja descarregada no mesmo, e transportada por gravidade para o ponto de coleta pela equipe responsável pelo envio ao laboratório. Como isso o tempo de percurso do operador para coleta de cada amostra e distância foram diminuídas a aproximadamente a um quinto da situação anterior. E para resolver questões ergonômicas o vasilhame improvisado para a coleta das amostras foi trocado por caixas específicas que recebem o fluxo da tubulação e dividem em duas caixas de amostragem de particulados industriais dividindo a massa para facilitar a carga, transporte e manuseio do material.

Figura 22 – Tubo para envio de amostra (1)



Figura 23 – Tubo para envio de amostra (2)



3.6 - Resultados obtidos

Após a implementação de todas as melhorias, foi feita nova análise de variância para confrontar e averiguar se ainda existiam diferenças significativas nos resultados de química entre fornecedor e cliente.

Como pode ser visto na tabela 10, o resultado para a estatística do teste é $F = 0,26$ o que nos permite dizer que a média dos resultados de química para tal elemento é igual entre cliente e fornecedor.

Comparando a análise atual com a análise realizada no tópico deste estudo que trata da quantificação do problema antes da implementação das melhorias, saímos de um resultado $F = 15,23$ para um resultado $F = 0,26$.

Tabela 10 – Anova: análise de Variância SiO₂ – Cliente x Fornecedor
Anova: fator único

RESUMO

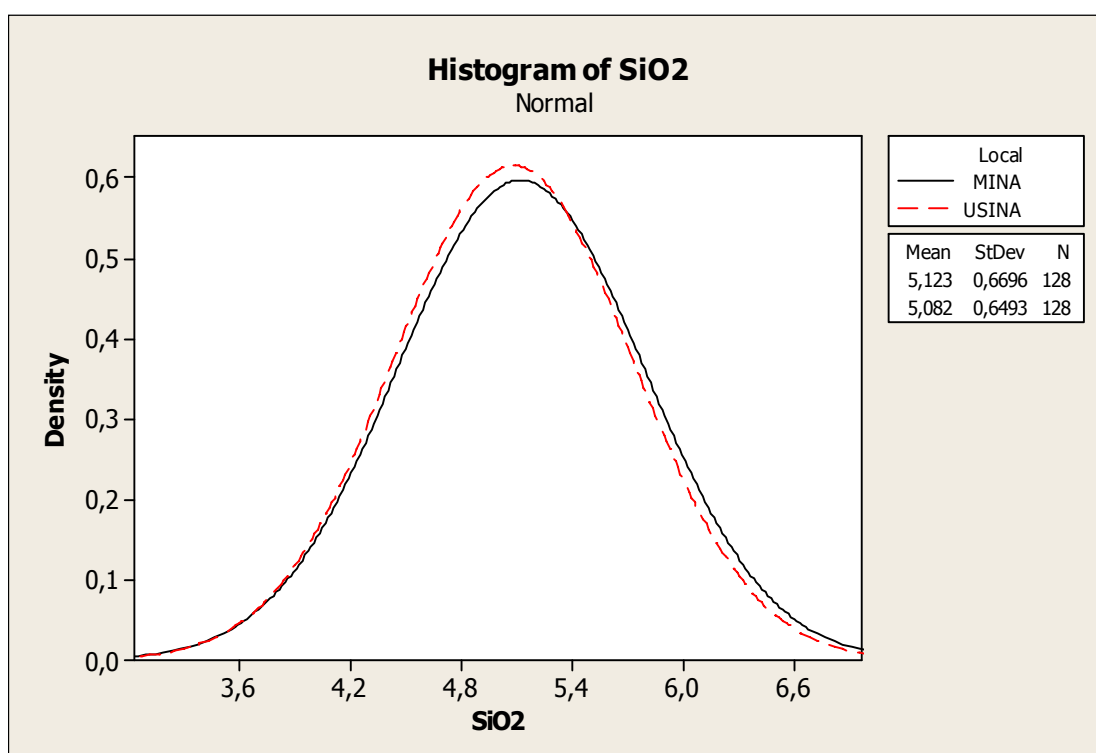
<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
SiO ₂ _MINA	128	650,47	5,08	0,42
SiO ₂ _USINA	128	655,80	5,12	0,45

ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,110972	1	0,11	0,26	0,61	3,88
Dentro dos grupos	110,4906	254	0,44			
Total	110,6015	255				

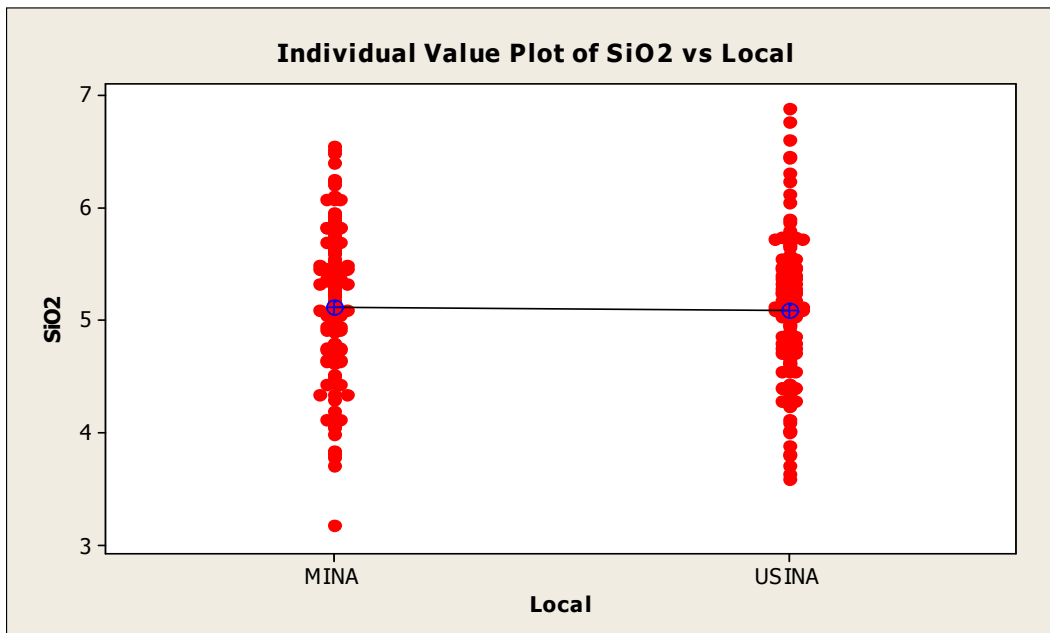
Os histogramas da figura 24 mostram como as curvas de distribuição normal dos dados do fornecedor e clientes se ajustam de forma satisfatória.

Figura 24 – Histograma Resultados de SiO₂



A figura 25 mostra que, apesar de os resultados do cliente se apresentarem um pouco mais dispersos, a tendência central é muito próxima.

Figura 25 – Impressão Valores Individuais de SiO₂ – Cliente e Fornecedor



Depois de executado, o estudo foi apresentado ao cliente; o qual realizou uma auditoria no padrão de amostragem do fornecedor e acordou eliminar a sua amostra e trabalhar somente com a amostragem do fornecedor. Como isso foi eliminada a necessidade de aproximadamente oito homem/hora de coleta de incrementos em seu pátio de recebimento e blendagem de matérias primas e todos os procedimentos de preparação de amostra em seu laboratório.

3.7 - Próximos passos para melhoria do sistema de amostragem

Como próximos passos para melhoria do sistema de amostragem de minério fino é proposto automação da amostragem em intervalos de massa visando absorver representar variações do processo, estudar um sistema Cross belt que apesar de não citado na norma internacional pode levar a vícios menores de 5% e trazer ganhos com manutenção de condições operacionais. Acoplar ao sistema um quarteador rotativo para que a massa erguida pelo operador e manuseada no laboratório seja menor de 20kg.

4 - Conclusão

Decisões sensatas em mineração, tanto na avaliação de jazimentos quanto controle de processo ou comercialização, devem ser tomadas pela avaliação de dados com um nível aceitável de representatividade. O que se percebe é que no dia-a-dia em grandes projetos mineiros a questão de amostragem é negligenciada, ou no mínimo tratada com menor atenção que outros processos como os unitários de cominuição, classificação, concentração, dentre outros. Percebe-se, por exemplo, que a qualificação de profissionais para rotas a úmido dos laboratórios é superior à de profissionais responsáveis pela coleta dos incrementos, composição, transporte e preparação das amostras.

Para se obter dados confiáveis e aceitáveis, diversos requisitos devem ser atendidos. A atenção a tais requisitos faz com que os lotes em estudo tenham suas características representadas de forma confiável por massas bem menores.

Conduzindo bem tal processo há melhor controle dos procedimentos, o produto do fornecedor tem sua qualidade garantida, o relacionamento cliente/fornecedor é fortalecido, custos são evitados, o trabalho humano é melhor utilizado e as equipes de engenharia responsáveis por estabilizar e melhorar processos podem trabalhar melhor.

5 - Bibliografia

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14724: informação e documentação - trabalhos acadêmicos - apresentação**. Rio de Janeiro, 2002.

Projeto 41:000.001.001, *Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostras*. ABNT/CB41 – Comitê Brasileiro de Minérios de Ferro, 2002.

CHIEREGATI, Ana Carolina. *Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros* / Ana Carolina Chieregati. Edição Revisada. São Paulo, 2007. 201p.

GÓES, Maria Alice C.de *et al.* Amostragem. In: LUZ, Adão Bemvindo da *et al* (ed.). **Tratamento de minério**. 4ª edição. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004. 858p.

GRIGORIEFF, Alexandre; COSTA, J. F. & KIPPE, J. *O problema da amostragem na indústria mineral*. In: Revista da Escola de Minas. Ouro Preto: Universidade Federal de Ouro Preto, v.55, n. 3, pp. 229-233, set. 2002

GY, Pierre M. *Sampling of Particulate Materials*. 2nd edition. New York: Elsevier, 1979.

GY, P.M. *Sampling of particulate materials, theory and practice*. Second Revised Edition. Amsterdam: Elsevier, 1982. 431p.

LUZ, Adão Bemvindo da. *Tratamento de Minérios*. 4ª Edição. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004. 867p

MONTGOMERY, Douglas; PECK, Elizabeth A. *Introduction to Linear Regression Analysis*. 2nd ed. Wiley-Interscience: 1992

OLIVEIRA, Maria Lúcia M. de & AQUINO, José Aury de. *Amostragem*. In: SAMPAIO, João Alves *et al* (ed.). Tratamento de minério: Práticas laboratoriais. Rio de Janeiro, CETEM/MCT, 2007. 557p

PITARD, Francis F. *Pierry Gy's Sampling Theory and Sampling Practice*. 2nd edition. Washington: CRC Press, 1993. 488p

POSSA, M.V.; LUZ, Adão B. *Amostragem para processamento mineral*. DNPM Ser. Tecnologia Mineral, 30. Seção Beneficiamento, 19. Brasília, 1984. (trabalho executado pelo Centro de Tecnologia Mineral, através do Convênio DNPM/CPRM)

SAMPAIO, CARLOS HOFFMANN. *Beneficiamento Gravimétrico. Uma introdução aos processos de concentração mineral e reciclagem de materiais por densidade*. Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2005.

SIRONVALLE, Marco Antônio Alfaro. *Introducción al Muestreo Minero*. Instituto de Ingenieros de Minas de Chile: Santiago, Chile, 2002. Disponível em www.iimch.cl

WILLS, B. A. & T. J. Napier-Munn. *Mineral Processing Technology*. 7th edition. Oxford: Elsevier, 2006. 456p

Anexo 1 – Tabela de determinação dos valores de A_n

P R E C I S Ã O	E S T Á G I O S D E A M O S T R A G E M			
	1	2	3	...n
95% certeza na faixa de $\pm 1\%$	$A_1 = 2,5 \times 10^{-5}$	$A_2 = 1,25 \times 10^{-5}$	$A_3 = 8,3 \times 10^{-6}$	$A_n = A_1/n$
95% certeza na faixa de $\pm 0,5\%$	$A_1 = 6,25 \times 10^{-6}$	$A_2 = 3,12 \times 10^{-6}$	$A_3 = 2,1 \times 10^{-6}$	$A_n = A_1/n$
99% certeza na faixa de $\pm 1\%$	$A_1 = 1,1 \times 10^{-5}$	$A_2 = 5,5 \times 10^{-6}$	$A_3 = 3,7 \times 10^{-6}$	$A_n = A_1/n$
99% certeza na faixa de $\pm 0,5\%$	$A_1 = 2,8 \times 10^{-6}$	$A_2 = 1,4 \times 10^{-6}$	$A_3 = 9,3 \times 10^{-7}$	$A_n = A_1/n$
99% certeza na faixa de $\pm 0,1\%$	$A_1 = 1,1 \times 10^{-7}$	$A_2 = 5,6 \times 10^{-8}$	$A_3 = 3,6 \times 10^{-8}$	$A_n = A_1/n$

Fonte: POSSA, M.V.; LUZ, Adão B. *Amostragem para processamento mineral*. DNPM Ser. Tecnologia Mineral, 30. Seção Beneficiamento, 19. Brasília, 1984. p 26