

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES MÉTODOS DE AMOSTRAGEM NOS RESULTADOS DE ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO DE UM MINÉRIO DE FERRO*

*Késsius Bortolan Menezes¹
José Hamilton Resende Tavares²
Mariana Vieira de Moura²
Carlos Alberto Pereira³
Henrique Dias Gatti Turrer⁴*

Resumo

A amostragem e sua representatividade são de grande importância no controle de processos e tomada de decisões no setor mineral. Dessa forma, o presente trabalho busca comparar diferentes metodologias para a amostragem do minério de ferro da Anglo American. Assim, de posse de uma amostra de 120 kg, representativa da alimentação do circuito de flotação industrial, foram analisadas amostras obtidas pelos métodos de pilha alongada, amostragem aleatória e quarteador rotativo do tipo carrossel, sendo este último o adotado pela empresa. Assim, após a amostragem, as alíquotas obtidas por meio de cada método foram submetidas à mesma sequência de ensaios de caracterização e a diferença entre os resultados analisados estatisticamente. Por meio de tal análise, pode ser concluído então que o método de amostragem aleatória apresentou altos valores de variabilidade, sendo, portanto, considerado como não satisfatório quando comparado aos demais. Além disso, a amostragem em carrossel também apresentou parâmetros ligeiramente superiores aos do método de pilha alongada. Tal estudo confirma a importância de sistemas e procedimentos de amostragem adequados na busca por resultados confiáveis.

Palavras-chave: Minério de ferro, amostragem, análise estatística.

CASE STUDY FOR EVALUATING THE INFLUENCE OF DIFFERENT SAMPLING METHODS ON RESULTS OF CHARACTERIZATION TESTS

Abstract

Sampling and its representativeness is of significant importance in process control and decision making in the mineral sector. In this way, the present work seeks to compare different methodologies for the sampling of the iron ore from Anglo American. Through a sample of 120 kg, representing the industrial flotation circuit feed, samples obtained by the method of long pile, random sampling and rotary sample divider were analyzed, being the latter adopted by the company. In this case, after sampling, the material obtained through each method was subjected to the same sequence of characterization tests and the difference between the results statistically analyzed. Through such analysis it was observed that the random sampling method showed high values of variability and is therefore considered as unsatisfactory when compared to the other methods tested. In addition, rotary sample divider also showed parameters slightly superior to the long pile method. This study confirms the importance of appropriate sampling systems and procedures systems in the pursuit of reliable results.

Keywords: Iron ore, sampling, statistical analysis.

¹ *Bacharel em Engenharia Metalúrgica UFOP, Engenheiro de Processos – Anglo American, Conceição do Mato Dentro, MG, Brasil.*

² *Engenheiro(a) de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto.*

³ *Engenheiro de Minas, Dr., Professor do Departamento de Engenharia de Minas - UFOP.*

⁴ *Doutor em Engenharia de Minas UFMG, Coordenador de Processos – Anglo American, Conceição do Mato Dentro, MG, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Nem sempre, em um processo de amostragem, as amostras irão se remeter à estrutura da população de onde foram retiradas ou serão representativas dessas populações, o que pode levar à tomadas de decisões e conclusões incorretas, além de enviesamento dos resultados. Assim, para que uma amostra possa apresentar representatividade, é necessário que a mesma seja, fundamentalmente, probabilística.

Amostragem probabilística é aquela realizada segundo critérios bem definidos da teoria estatística das probabilidades. Na amostragem probabilística todas as unidades da população amostral devem ter a mesma oportunidade de serem selecionadas.

É essencial, portanto, que as amostras selecionadas para um processo de medição sejam representativas da distribuição de tamanho de partícula e das frações de seus vários constituintes, uma vez que essas características são frequentemente interdependentes.

Gy, 1976, enfatiza que a amostragem não é uma técnica mecânica simples como um processo de britagem, por exemplo e sim um processo aleatório passível de introduzir erros, como, por exemplo, na análise química.

Segundo Grigorieff *et al.*, 2002, é necessário que uma amostragem seja efetuada corretamente, sob o ponto de vista probabilístico e, para isso, cada partícula componente do lote deve possuir a mesma probabilidade de pertencer àquele mesmo lote.

Ainda, segundo Gy, 2004, a amostragem é um problema sério e que deve ser tratado como tal. Além disso, a mesma é deliberada ou involuntariamente ignorada pela maioria das pessoas na maioria das vezes, podendo levar a sérios problemas.

Chierigati *et al.*, 2008, considera como representativa uma amostra que satisfaz as condições de acuracidade e precisão, ou seja, devem ser livres de vieses e apresentar suficiente reprodutibilidade, respectivamente.

É objetivo desse trabalho, portanto, relatar, por meio de um estudo de caso, os resultados comparativos de testes realizados com amostras de minério de ferro da Anglo American para simular e avaliar diferentes processos de amostragem em escala laboratorial para garantia de uma boa preparação e, conseqüentemente, obtenção de resultados de caracterização confiáveis.

2 DESENVOLVIMENTO

O minério denominado itabirito, predominantemente composto por ferro e sílica, é lavrado na mina da Serra do Sapo em Conceição do Mato Dentro, MG. O seu tratamento contempla as etapas de cominuição, por britadores de mandíbulas e grelhas, britadores cônicos e peneiras, prensas de rolos, moinhos de bolas e hidrociclones, seguido por deslamagem, flotação, remoagem em moinhos verticais (para adequação da granulometria de transporte), espessamento, bombeamento por

529 km de mineroduto e separação sólido-liquido para embarque, Erro! Fonte de referência não encontrada..

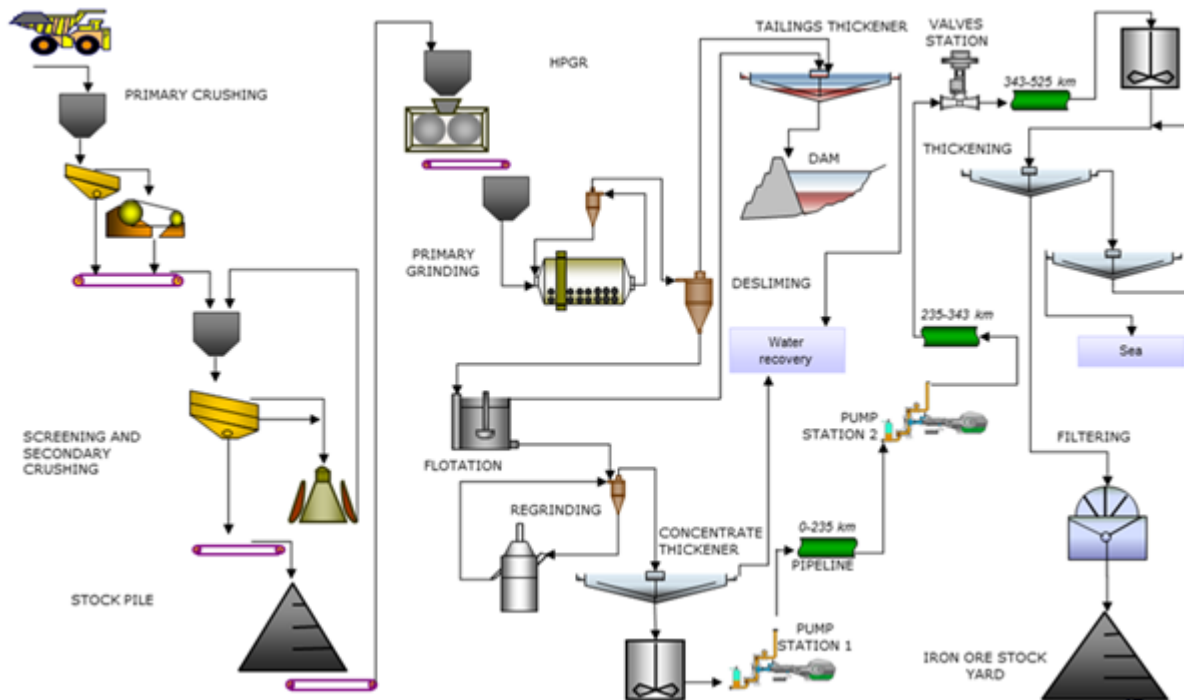


Figura 1 – Overview Processo Minas-Rio

As amostras do minério de ferro utilizado neste trabalho foram tomadas da alimentação da flotação industrial da planta de beneficiamento do sistema Minas-Rio, cujo teor médio de ferro é de 40 %.

Foi coletada uma amostra total primária de cerca de 120 kg, em forma de polpa, representativa da alimentação do circuito de flotação industrial. A amostra foi gerada a partir de um amostrador automático do tipo Vezin, foi filtrada, secada e encaminhada ao laboratório do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto para preparação e obtenção das amostras secundárias referentes ao método da pilha alongada e, posteriormente, ao Centro Tecnológico Mineral da Anglo American, para caracterização. As demais amostras, referentes aos métodos de quarteamento rotativo e de forma aleatória, foram obtidas e caracterizadas no Centro Tecnológico Mineral da Anglo American.

As distribuições granulométricas foram determinadas, em peneirador suspenso, do fabricante Brastorno, utilizando peneiras da série Tyler. As análises químicas foram determinadas por fluorescência de raios-X em pastilha fundida, com equipamento Axios da Panalytical.

Um total de 06 amostras secundárias, com cerca de 180 g cada, foi obtido a partir de três diferentes métodos:

- 02 amostras segundo um método aleatório (AL);
- 02 amostras conforme a formação de pilhas alongadas (PA);
- 02 amostras obtidas em quarteador rotativo do tipo carrossel (QT).

2.1 Amostra Aleatória (AL)

Primeiramente, coletou-se dos 120 kg da amostra total, a qual encontrava-se disposta em sacos, 02 amostras secundárias, com cerca de 180 g cada, de forma aleatória, sem procedimentos de amostragem, conforme Erro! Fonte de referência não encontrada..



Figura 2 - Amostra retirada de forma aleatória, sem procedimento de amostragem

As duas amostras, então, foram pesadas e em seguida encaminhadas para os ensaios de caracterização (distribuição granulométrica e análise química), conforme procedimentos internos.

2.2 Amostra Pilha Alongada (PA)

De forma a utilizar toda a amostra primária, contendo cerca de 120 kg, devido a inviabilidade física local, foi necessário realizar a formação de pilha alongada em duas pilhas, inicialmente (Etapa I). Para isto, fez-se uso de um amostrador para promover a distribuição do material ao longo da formação da pilha, de forma constante. Após a formação das pilhas, ambas as extremidades foram removidas e reinseridas na pilha, seguindo o mesmo procedimento de distribuição. Cada uma das duas pilhas alongadas obtidas possuía 140 cm e foram divididas em 7 amostras, Figura 3.



Figura 3 – (a) Pilha 01, (b) Pilha 02, (c) Extremidade sendo removida para reinserção sobre a pilha e (d) Processo de divisão da pilha.

Após a obtenção de duas alíquotas de cada uma das pilhas, as mesmas foram blendadas para constituir uma única e nova pilha (Etapa II). Todo o processo para

obtenção das alíquotas desta nova etapa foi exatamente o mesmo utilizado na anterior. Dessa forma, gerou-se mais duas alíquotas e, com as mesmas foi, formada então uma nova pilha (Etapa III). Finalmente, as alíquotas tomadas da “Etapa III”, constituíram uma nova pilha de onde obtiveram-se as alíquotas finais, contendo cerca de 180 g cada, para os testes de caracterização. Tal procedimento é ilustrado pelas Figuras 4 e 5.



Figura 4 - Processo das etapas II e III. (a) formação da pilha Etapa II, (b) retirada das alíquotas para a etapa seguinte, (c) formação da pilha Etapa III e (d) retirada das alíquotas para a última etapa.

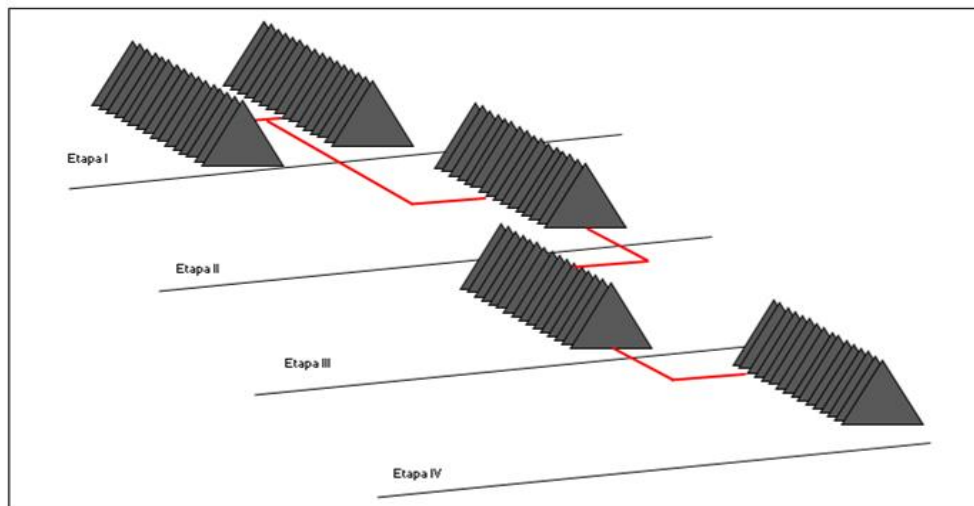


Figura 5 – Desenho esquemático para a sequência realizada até a obtenção das alíquotas para ensaios de caracterização.

2.3 Amostra Quarteador Rotativo (QT)

De posse da amostra primária utilizada nos processos de amostragem descritos anteriormente, a mesma foi então reunida e encaminhada para o quarteamento em equipamento rotativo do tipo carrossel. Tal equipamento, do fabricante Brastorno, possui capacidade de 120 kg e dispõe de 12 canecas coletoras, cada uma, portanto, com capacidade de 10 kg. Todo o material foi inserido no silo do equipamento e aguardou-se até que a última partícula fosse depositada nas canecas coletoras.



Figura 6 – Equipamento sendo preparado para iniciar o quarteamento da amostra.

Após o término do quarteamento no carrossel com capacidade para 120 kg, foi obtida uma amostra referente a duas canecas coletoras, com cerca de 20 kg. Esta amostra passou por mais três processos de quarteamento em equipamentos semelhantes, mas de menor capacidade. Utilizando sequencialmente equipamentos com capacidade nominal de 20 kg, 04 kg e 200 g, obteve-se duas alíquotas com massa suficiente para os ensaios de caracterização.



Figura 7 – Sequência quarteamento até obtenção de uma massa suficiente para ensaios de caracterização

2.4 Ensaios de caracterização

Como descrito nos métodos de amostragem, os mesmos possibilitaram a obtenção de duas amostras cada. De forma complementar, os ensaios de caracterização foram realizados em duplicata, para ambas as amostras, permitindo a avaliação de possíveis erros durante o processamento das mesmas. Assim, os ensaios aconteceram com as amostras nomeadas conforme descrito na Tabela I.

Tabela I - Ensaios para determinação da distribuição granulométrica (amostras tais quais (A) e duplicatas (B))

	Amostra I	Amostra II
(AL)	1-A (TQL)	2-A (TQL)
	1-B (DUP)	2-B (DUP)
(PA)	1-A (TQL)	2-A (TQL)
	1-B (DUP)	2-B (DUP)
(QT)	1-A (TQL)	2-A (TQL)
	1-B (DUP)	2-B (DUP)

2.4.1 Determinação da distribuição granulométrica

Para determinar a distribuição granulométrica foi utilizado um peneirador suspenso vibratório. Todos os ensaios foram realizados a úmido e o conjunto de peneiras utilizadas seguiu a série Tyler, de 420 a 38 μm , incrementado com a peneira de abertura de 44 μm . Durante os ensaios houve atenção para que as massas retidas não ultrapassassem a máxima indicada para cada peneira e os mesmos tiveram duração de 10 minutos.

Após os ensaios, as amostras foram filtradas, pesadas e secadas. Em seguida foi realizado o ensaio em duplicata para cada uma destas. Os resultados obtidos foram então inseridos em uma planilha e os percentuais para passante acumulado, em cada faixa, foram calculados e plotados em um gráfico “Abertura vs. % Passante acumulado”.

2.4.2 Determinação da composição química

Para determinar a composição química das amostras foi utilizada a técnica de fluorescência de raios-X a partir de pastilha fundida do material a ser analisado. As amostras foram preparadas e encaminhadas ao laboratório físico-químico da Anglo American para análise de % Fe (percentual de ferro), % SiO_2 (percentual de sílica), % Al_2O_3 (percentual de alumina) e % P (percentual de fósforo).

2.4.3 Análises estatísticas

As análises e comparativos estatísticos foram conduzidos utilizando o *software* Minitab. Um estudo de medida foi utilizado para uma comparação estatística entre amostras I e II e também entre as amostras tais quais (TQL) e duplicatas (DUP).

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos nos ensaios de caracterização das amostras foram então acrescidos de análises estatísticas, possibilitando uma maior compreensão das diferenças entre elas.

3.1 Análise da distribuição granulométrica

A partir dos ensaios para determinação da distribuição granulométrica foram obtidas as curvas apresentadas nas Figuras 8 e 9.

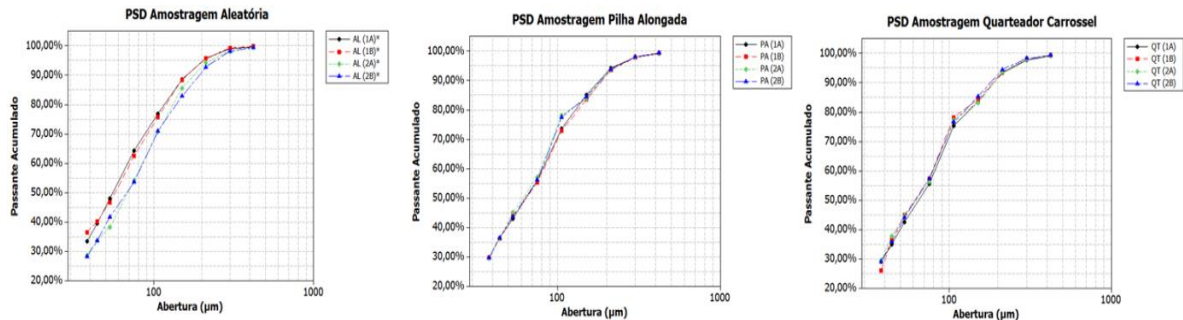


Figura 8 – Curvas de distribuição granulométrica obtidas a partir dos ensaios utilizando diferentes métodos

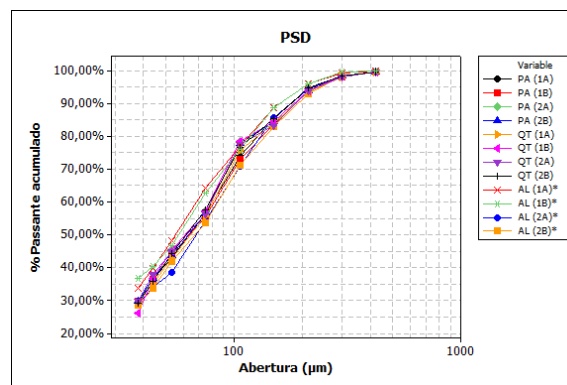


Figura 9 – Curvas de distribuição granulométrica agrupadas

As curvas mostram que as amostras, no geral, apresentam o mesmo comportamento. Porém realizou-se um comparativo intergrupos e intragrupos para checar possíveis diferenças estatísticas existentes. Para facilitar a investigação, plotou-se um gráfico do tipo *boxplot*, buscando identificar em que faixa granulométrica e para qual grupo ocorria maior dispersão das medidas, conforme **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

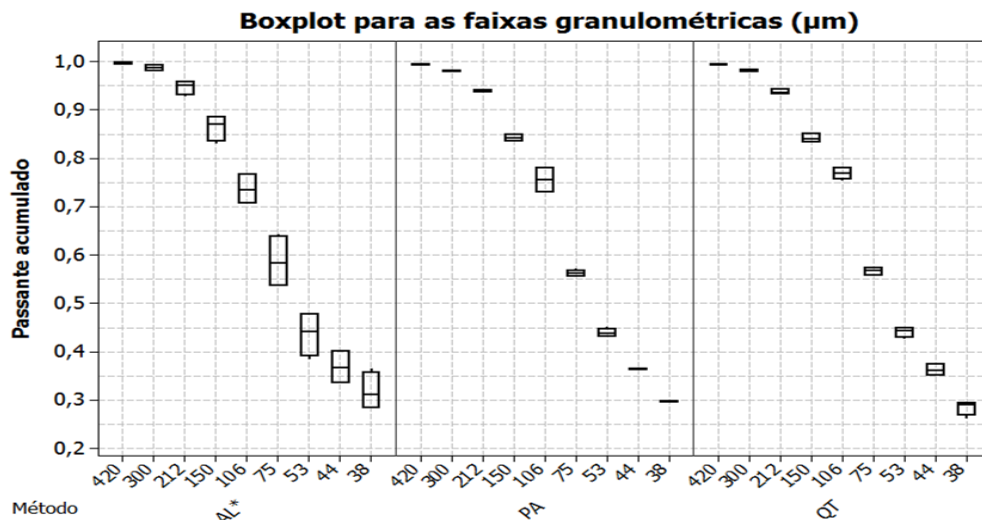


Figura 10 – Boxplot dos resultados obtidos por faixa granulométrica e grupo

Observou-se que o grupo que continha os resultados com maior dispersão era o grupo das amostras que foram obtidas de forma aleatória. Além disso a faixa granulométrica correspondente ao material passante acumulado em 106 µm era aquela que também possuía a maior dispersão dos dados obtidos. Esta abertura foi tomada então como referência para condução das análises intragrupos. Conduzindo um estudo de avaliação de medidas, constatou-se que grande parte da variação atribuída a faixa granulométrica de 106 µm era devido a um problema de reprodutibilidade, ou seja, as amostras retiradas de dentro de cada grupo apresentavam diferenças para a faixa granulométrica considerada, Figura 11.

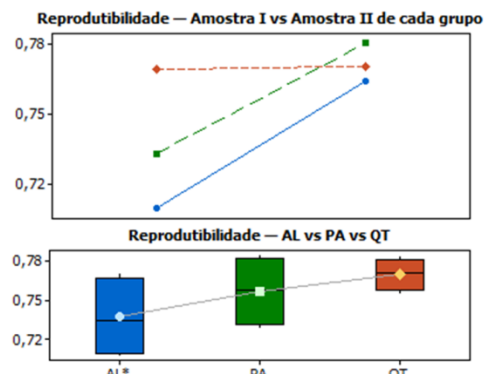


Figura 11 – Resultados análise intragrupos para a abertura = 106 micrômetros

As amostras obtidas pelo método de quarteamento em carrossel apresentaram variação pouco significativa. Apesar das variabilidades encontradas, com mais destaque para o método aleatório e de pilha alongada, não se pode, ao nível de 99% de confiança afirmar que existem diferenças entre os métodos utilizados, segundo as considerações tomadas acima, **Erro! Fonte de referência não encontrada..** Assim, o fato da amostragem aleatória não apresentar parâmetros tão discrepantes dos demais métodos, quanto intuitivamente seriam apontados, deve estar relacionado à granulometria fina do material e homogeneidade da amostra primária.

Em termos de uma análise intergrupos, foi utilizado um gráfico de correlação entre as amostras tais quais (A) e suas respectivas duplicatas (B). Todos os resultados foram considerados com boa correlação, inferindo que não houve problemas que

poderiam trazer prejuízos à interpretação dos resultados obtidos durante a realização dos ensaios e posterior comparação entre os métodos, **Erro! Fonte de referência não encontrada..**

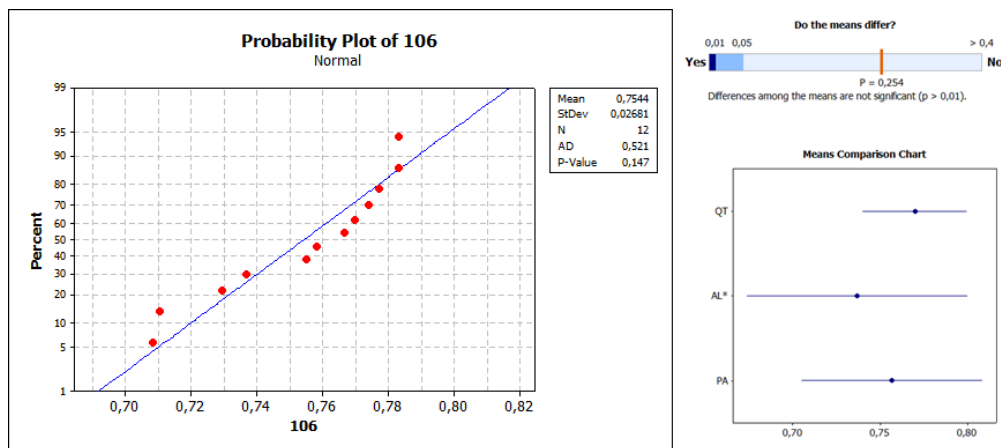


Figura 12 – Teste de normalidade e resultado estatístico considerando uma análise ANOVA com hipótese nula de diferenças entre as amostras.

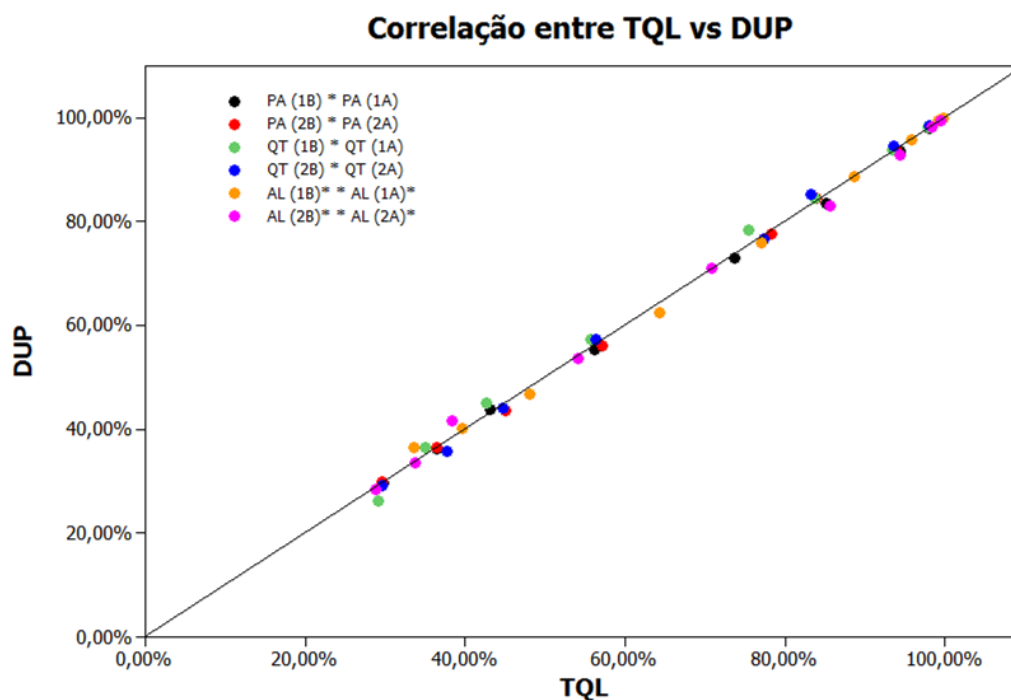


Figura 13 – Correlação entre os dados obtidos considerando % passante acumulado nas aberturas das peneiras utilizadas.

3.2 Análise da composição química

Para facilitar a investigação, plotou-se um gráfico do tipo boxplot buscando identificar para quais elementos químicos e para qual grupo ocorria maior dispersão das medidas, Figura 14.

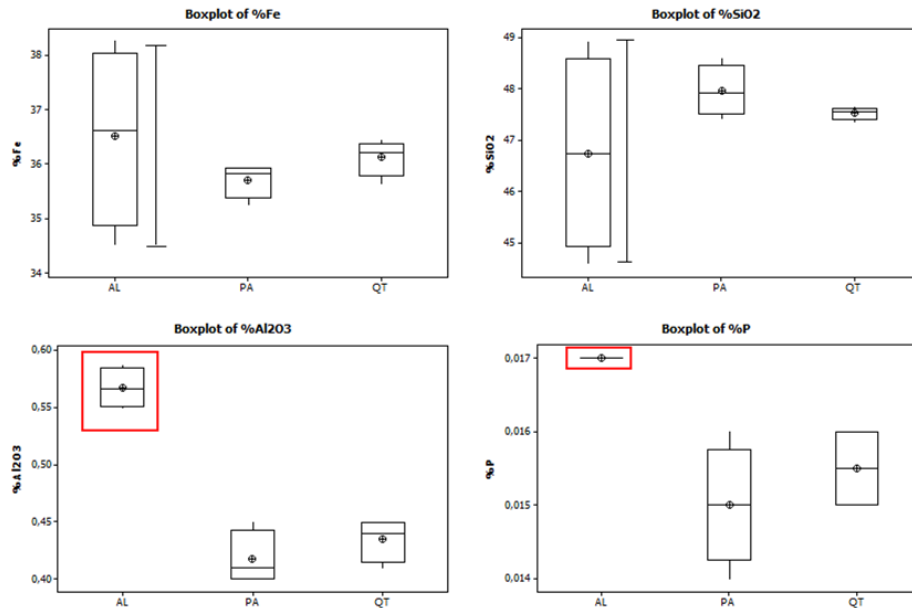


Figura 14 – Boxplot dos resultados obtidos para composição química de todas as amostras obtidas.

Por meio de tal gráfico, foi possível perceber que o método de amostragem aleatório apresentou grande variabilidade em termos de % Fe e % SiO₂. Além disso, pode-se notar diferenças significativas entre os valores de % Al₂O₃ % e % P do método de amostragem aleatória quando comparado aos demais.

A análise de variância conduzida, após o resultado positivo de normalidade dos dados, constatou que, de fato, existem evidências de diferenças a um nível de confiança de 99 % considerando o percentual de Al₂O₃ e o percentual de P, para os métodos avaliados, Figura 15, sendo o método de amostragem aleatória (AL) o único que se diferenciou dos demais.

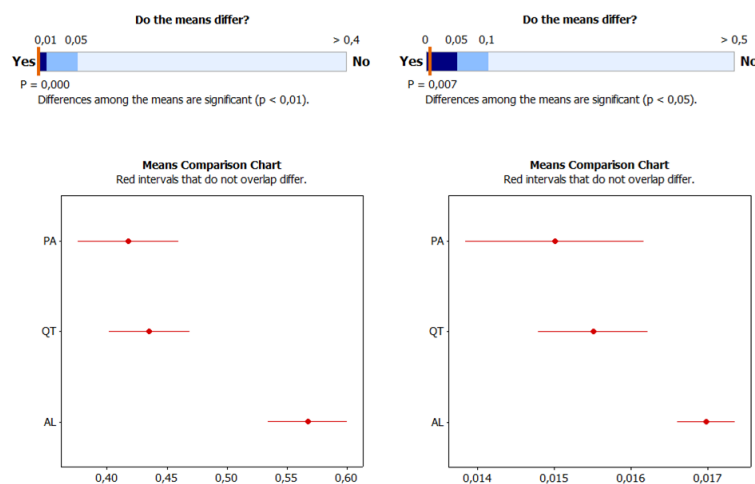


Figura 15 – Gráfico à esquerda: existência de evidências de diferença a um nível de 99% de confiança para percentual de alumina. Da mesma forma, à direita, para percentual de fósforo.

A obtenção de diferenças apenas em termos de percentual de alumina e fósforo, não seguida por diferenças significativas nos demais parâmetros, pode estar relacionada à faixa granulométrica em que estes compostos/elementos estão associados. É de conhecimento prévio que tal minério apresenta maiores teores de alumina e fósforo nas frações granulométricas abaixo de 38 μ m. Assim, como a

análise de distribuição granulométrica incluiu a quantificação de frações inferiores a tal valor, possíveis variações na distribuição interna de tal fração acabaram não constatadas pelas análises estatísticas da granulometria. Dessa forma, acredita-se que em trabalhos futuros, incluindo testes em cyclosizer ou granulômetro a laser, as diferenças entre amostras apresentadas nas análises químicas serão acompanhadas por diferenças também na granulometria.

3 CONCLUSÃO

Por meio de tal trabalho, foi possível constatar, portanto, que o método de amostragem aleatória não pode ser considerado como um método adequado para promover a representatividade do material amostrado. Apesar de, quanto à distribuição granulométrica, não serem constatadas diferenças estatísticas entre os métodos, notou-se uma grande variabilidade principalmente para as amostras obtidas pelo método de amostragem aleatório. Já em função da composição química, foi possível confirmar estatisticamente a ineficiência do mesmo. Pode-se notar também que a amostragem por quarteador rotativo do tipo carrossel, método este adotado pela empresa, foi o que apresentou os menores valores de variância, permitindo a obtenção de resultados de caracterização mais confiáveis. Tal estudo confirma a importância de um sistema de amostragem adequado, além de demonstrar que a Anglo American vem seguindo as melhores práticas industriais vigentes.

REFERÊNCIAS

- 1 GRIGORIEFF, Alexandre; COSTA, Joao Felipe C.L. and KOPPE, Jair. O problema de amostragem manual na indústria mineral. Rem: Rev. Esc. Minas [online]. 2002, vol.55, n.3, pp.229-233.
- 2 GY, P. M. The sampling of particulate materials: A general theory. In: SYMPOSIUM ON SAMPLING PRACTICES IN THE MINERAL INDUSTRIES, Melbourne, Sept. 1976.
- 3 Leon E. Borgman, John W. Kern, Richard Anderson-Sprecher and George T. Flatman. The Sampling Theory of Pierre Gy: Comparisons, Implementation, and Applications for Environmental Sampling.
- 4 Gy, P.M. (1982). Sampling of Particulate Materials, Theory and Practice. Elsevier Scientific Publishing Company, New York.
- 5 A. C. Chierigati, H. Delboni & J. F. Coimbra Leite Costa. Sampling for proactive reconciliation practices. Transactions of the Institutions of Mining and Metallurgy: Section A, Volume 117, 2008, Pages 136-141
- 6 P. Gy, Pierre, "Part IV: 50 years of sampling theory—a personal history", Chemometr. Intell. Lab. Syst. 74, 49–60 (2004).