

MÉTODO DE AMOSTRAGEM DE MINÉRIOS ALTERNATIVO A TORRES DE AMOSTRAGEM EM SITUAÇÕES EMERGENCIAIS

Antonio Fernando Pêgo e Silva¹, Luiz Paulo de Carvalho Serrano²

¹Professor doutor do Departamento de Estatística da Universidade Federal do Espírito Santo

²Engenheiro Químico, Bacharel em Estatística e Ex-Gerente de Laboratórios Industriais em Mineração

Resumo

A partir de um problema operacional na condução dos procedimentos mecanizados (torre) para amostragem do minério de ferro denominado *Pellet Feed*, foi proposto um método alternativo manual, que deve ser usado em situações emergenciais levando em conta: a ausência de viés, a precisão da amostragem, a segurança do operador e custos da operação de coleta do material.

PALAVRAS-CHAVE: Amostragem; Minério de Ferro; Pellet Feed.

Abstract

From an operational problem in conducting mechanized procedures (tower) for sampling iron ore pellet feed called, we propose an alternative manual method, to be used in emergency situations taking into account the absence of bias, the accuracy of the sampling operator safety and operation costs of collecting material.

KEYWORDS: Sampling; Iron Ore; Pellet Feed.

1 Introdução:

O *Pellet Feed* é um minério de ferro superfino com granulometria 100% menor que um milímetro e teor de ferro total maior que 66% que depois de moído a 100% abaixo de 0,15 mm é utilizado exclusivamente na produção de pelotas (aglomerado de minério de ferro e fundentes com diâmetro variando entre 8 e 18 mm) que vão alimentar, principalmente, os Alto Fornos na indústria siderúrgica.

A amostragem desse produto, *Pellet Feed*, seguindo o que preconiza a norma técnica NBR 3082, de 2011, deve ser prioritariamente realizada em torre de amostragem antes do carregamento do minério nas composições ferroviárias com capacidade de transporte de aproximadamente 6000 toneladas. Essa unidade operacional, entre outros equipamentos, é dotada de amostrador mecânico cortador de fluxo, cuja massa de cada incremento (unidade amostral), para esse produto, deve ser de aproximadamente 50 kg. Seguindo o plano de amostragem, devem ser tomados 25 incrementos, gerando uma amostra final em torno de 1250 kg.

No entanto, foi necessário viabilizar uma alternativa para os casos de emergência quando a torre de amostragem apresentasse problemas de operação (geralmente entupimentos em função da natureza do material superfino) ou manutenção corretiva ou preventiva.

A alternativa encontrada foi realizar a coleta manual do material em cima dos vagões, durante o carregamento, por meio de uma plataforma lateral à linha férrea, com o auxílio de pá padronizada [1], empregada na preparação das amostras.

As questões, a saber, eram:

- (a) Qual a massa mínima necessária para cada incremento coletado para não sobrecarregar o operador?
- (b) A precisão de amostragem manual seria equivalente a precisão da amostragem mecânica?
- (c) O viés entre os dois procedimentos estaria dentro de um nível de confiança de pelo menos 95%?
- (d) A amostragem manual seria estatisticamente semelhante à amostragem mecanizada?

A metodologia de amostragem em mineração tem três características fundamentais que a torna diferente das demais amostragens.

- (a) A variação de qualidade (variância) do material a ser amostrado é difícil de ser medida, uma vez que as unidades amostrais não são analisadas individualmente;
- (b) A definição da massa da unidade amostral (incremento) não é uma tarefa trivial. É necessário conhecimento prévio da natureza geológica do material e da precisão (margem de erro) relativa à característica de qualidade de interesse;
- (c) Uma vez coletados os incrementos necessários a uma margem de erro estabelecida no plano de amostragem, esses incrementos são homogeneizados, dentro de premissas bem definidas por normas técnicas [1], e uma nova amostragem é realizada, quando se extrai a amostra final para análise. No caso da característica de qualidade teor de ferro total, a massa a ser efetivamente analisada é de apenas 1 g;

Para a definição do tamanho da amostra (n) é indispensável fazer uma avaliação prévia da variação de qualidade (σ_w) do produto. Os minérios de ferro, durante os seus processos de

produção, podem ser classificados como muito, médio ou pouco homogêneos. A norma técnica [1] baseada na experiência de produtores e consumidores define esse grau de homogeneização, para a característica de qualidade teor de ferro total (%), como grande (2,50%), média (1,75%) e pequena (1,25%) variação de qualidade.

A maior dificuldade fica por conta da definição da massa mínima do incremento que represente uma determinada quantidade de material, já que o minério é composto por um conjunto de partículas de diversos tamanhos (perfil granulométrico). No processo de amostragem industrial, a massa é suficientemente grande para representar esse perfil granulométrico, mas para a operação manual é impossível empregar massa tão grande pelo excessivo esforço humano e segurança das operações. O estatístico francês Pierre Maurice Gy, especialista em sistemas de amostragem para material particulado, desenvolveu uma fórmula para determinação da massa mínima dos incrementos que leva em conta a natureza geológica do material (no caso de minérios), seu perfil granulométrico e a margem de erro da amostragem baseada no grau de homogeneização do material. Para mais detalhes sobre a fórmula de Gy, ver a referência [8], que trata do processo de amostragem de minério de ferro, cuja metodologia é adotada em todos ou “quase” todos os países que seguem as normas ISO.

2 Metodologia

O uso do método manual foi idealizado para situações emergenciais quando há impedimento do método mecânico. O método se mostrou estatisticamente equivalente ao mecânico preconizado em normas ISO que regem o mercado internacional. No método alternativo há a comprovação da redução da massa final da amostra de 1250 kg para 16 kg possibilitando a preparação manual sem comprometer a saúde e segurança do operador.

Portanto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia de amostragem alternativa manual (B) para substituir a amostragem referência mecanizada (A) em situações emergenciais quando essa unidade apresentar problemas operacionais ou for parada para manutenção.

2.1 Determinação da massa mínima para os incrementos na coleta manual:

A massa de cada incremento (M_S) foi determinada segundo a fórmula desenvolvida por Pierre Gy [8], que leva em conta: a geologia do material, a característica de qualidade de maior interesse (K_m), o perfil granulométrico do material (tamanho máximo da partícula - d_{top}) e o erro para cada tipo de minério de acordo com o seu grau de homogeneização (σ_{EF}). Desta forma, temos:

$$M_S = \frac{K_m * d_{top}^3}{\sigma_{EF}^2}, \quad (1)$$

onde:

$$\sigma_{EF} = \frac{\beta_S}{z_{\alpha} * (\%Fe)}, \quad (2)$$

Sendo: β_S a precisão planejada para a amostragem, z_{α} variável aleatória normal padrão com nível de significância α (para $\alpha = 0,1\%$ o valor de z_{α} será de 3,31) e % Fe é o teor de ferro total do minério em avaliação.

2.2 Plano de amostragem:

Como a metodologia de amostragem é sistemática a partir de um ponto definido para a coleta dos incrementos, o tamanho da amostra (BARNETT [5]) é definido por:

$$n = \left(\frac{z_{\alpha} * \sigma_w}{\beta_s}\right)^2 * \left(\frac{N-n}{N}\right) \quad (3)$$

Como N (número de amostras possíveis), no caso da mineração, sempre será muito maior que n (tamanho da amostra), isto é, $N \gg n$ a Fórmula 3 se reduz a aproximadamente:

$$n \cong \left(\frac{z_{\alpha} * \sigma_w}{\beta_s}\right)^2 \quad (4)$$

2.3 Teste estatístico para amostras pareadas:

A comparação entre o método de amostragem mecanizada (A) e o método alternativo de amostragem manual (B) foi feita seguindo o que reza a Norma NBR 3086, de 2008. Nesta norma, é aplicado o teste t de *Student* [3] para observações pareadas (ou emparelhadas), supondo distribuição normal (STUART [6]) para os pares de diferenças entre A e B (D_{AB}).

Esta norma técnica [3] avalia inicialmente se há presença de *outliers* (valores discrepantes da distribuição de D_{AB}) pelo teste de *Grubbs* [3]. Havendo valores discrepantes, deve ser feita uma avaliação prévia do porquê de sua ocorrência e se necessário substituir por outro(s) novo(s) par(es) de amostras A e B. A Norma NBR 3086, de 2008, não inclui a avaliação da normalidade da distribuição de D_{AB} no seu escopo, mas é um pressuposto fundamental para aplicação do teste t de *Student* [3]. Vamos aplicar os testes estatísticos de *Shapiro-Wilk* [10], *Jarque-Beras* [10] e *Anderson-Darling* [10] para avaliar a normalidade, utilizando o software R [9], pois são métodos não-paramétricos indicados para avaliar se os dados de D_{AB} apresentam distribuição normal. A aceitação por pelo menos dois destes métodos é suficiente para verificar que a distribuição se aproxima da normal.

2.4 Testes de avaliação de normalidade:

Em termos de hipóteses estatísticas teremos:

H_0 : a distribuição dos valores de D_{AB} se aproxima da normal;

H_1 : a distribuição dos valores de D_{AB} não se aproxima da normal.

Não rejeitar H_0 , ao nível de significância de 5%, se o Valor-p (STUART [6]) for maior ou igual a 0,05.

2.5 Avaliação da igualdade estatística entre os métodos de amostragem:

Procurou-se testar se as amostragens A e B são estatisticamente equivalentes para os k lotes (pares de amostras) a serem comparados. Para tal, consideraram-se as hipóteses estatísticas:

H_0 : os procedimentos adotados pelos métodos A e B são estatisticamente iguais

H_1 : os procedimentos adotados pelos métodos A e B são diferentes

A regra de decisão usada foi: não rejeitar H_0 se

(a) $|T|_{\text{crítico}} \leq t_{\text{tabelado}}$, onde:

$|T|_{\text{crítico}} = \frac{\sqrt{k} \cdot \bar{D}_{AB}}{S_{D_{AB}}}$, em que t_{tabelado} é obtido da Norma NBR 3086, de 2008, para k

pares de amostras, e

$$D_{AB} = A - B; \bar{D}_{AB} = \frac{1}{k} \sum D_{AB}; SS_{D_{AB}} = \sum D_{AB}^2 - \frac{1}{k} (\sum D_{AB})^2$$

$$S_{D_{AB}} = \sqrt{\frac{SS_{D_{AB}}}{(k-1)}}$$

(b) O intervalo de confiança (IC_{AB}) para a média das diferenças \bar{D}_{AB} contiver o zero, onde:

$$IC_{AB} = \bar{D}_{AB} \pm t_{\text{tabelado}} \frac{S_{D_{AB}}}{\sqrt{k}}$$

2.6 Avaliação da precisão do método B em relação ao método referência A.

Se IC_{AB} estiver contido dentro do intervalo de confiança para o viés (δ) tolerado (IC_{δ}) as metodologias de amostragem tem precisões estatisticamente semelhantes.

Segundo a referência [3] o IC_{δ} deve ser igual à metade da precisão global (β_{SPM}), determinada segundo a Norma NBR 3085, de 2003, para a característica de qualidade de interesse, ou seja, $IC_{\delta} = \bar{D}_{\delta} \pm \frac{\beta_{SPM}}{2}$, onde $\bar{D}_{\delta} = 0$ e β_{SPM} para lotes de 6000 toneladas, é de 0,50% em teor de ferro total.

3- Resultados

Foram comparados os resultados das análises de cada composição ferroviária, com aproximadamente 6000 toneladas de minério de ferro tipo *Pellet Feed*, com amostragens pelos métodos A (coletados 25 incrementos com 50 kg cada na torre de amostragem) e B (coletados 320 incrementos de 50 g de forma manual sobre os vagões). Todas as amostras foram preparadas segundo a Norma NBR 3082, de 2011 e analisadas por espectrometria de fluorescência de raios x (que é a metodologia mais usual para avaliação química de produtos minerais). Os resultados se encontram na Tabela 1.

Tabela 1: Característica de qualidade – Teor de ferro total (%)

IncA, IncB: números de incrementos coletados para A e B respectivamente

Lotes	IncA	IncB	A	B	D_{AB}	D_{AB}^2
1	25	320	67,65	67,98	-0,33	0,1089
2	25	320	67,28	67,65	-0,37	0,1369
3	25	320	68,08	67,83	0,25	0,0625
4	25	320	67,10	67,31	-0,21	0,0441
5	25	320	67,20	67,18	0,02	0,0004
6	25	320	67,66	68,07	-0,41	0,1681
7	25	320	67,67	67,19	0,48	0,2304
8	25	320	67,25	67,16	0,09	0,0081

9	25	320	67,61	67,86	-0,25	0,0625
10	25	320	67,22	67,23	-0,01	0,0001
11	25	320	67,11	66,89	0,22	0,0484
12	25	320	68,03	68,19	-0,16	0,0256
13	25	320	66,97	67,09	-0,12	0,0144
14	25	320	68,06	67,97	0,09	0,0081
15	25	320	67,53	67,64	-0,11	0,0121
16	25	320	67,36	67,75	-0,39	0,1521
17	25	320	68,20	67,95	0,25	0,0625
18	25	320	68,20	68,01	0,19	0,0361
19	25	320	67,95	68,14	-0,19	0,0361
20	25	320	68,16	67,75	0,41	0,1681

Para a determinação da massa mínima (g) de cada incremento, utilizamos a Fórmula 1. A partir de estudos realizados nos trabalhos de BARBOSA [4], GOMES [7] e SILVA [11], que utilizaram inclusive microscopia ótica para avaliação geológica de minério de ferro, no caso do *Pellet Feed* com teor médio de 68% de ferro, $K_m = 0,0103 \text{ g/cm}^3$, $d_{top} = 0,1 \text{ cm}$, definindo $\beta_S = 0,10 \%$ e determinando σ_{EF} com nível de confiança de 99,90%. Logo pela Fórmula 2: $\sigma_{EF} = \frac{0,10\%}{3.31*(68\%)} = 0,000444$, e assim,

$$M_S = \frac{K_m * d_{top}^3}{\sigma_{EF}^2} = \frac{0,0103*(0,1)^3}{(0,000444)^2} \cong 52\text{g}.$$

Para o plano de amostragem manual (método B) o número mínimo de incrementos encontrados, segundo a Fórmula 3, foi de:

$$n = \left(\frac{Z_\alpha * \sigma_W}{\beta_S}\right)^2 = \left(\frac{3,31 * 1,25}{0,5}\right)^2 \cong 70,$$

onde σ_W e β_S são valores estimados [1] para lotes com 6000 toneladas e pequena variação de qualidade. Pela facilidade de coleta dos dados e para garantir uma boa precisão da amostragem, foram coletados 4 incrementos em cada vagão dos 80 que compõem a composição ferroviária, constituindo 320 incrementos com uma massa global (Mg) de 16 kg, de mais fácil manuseio e segurança para o operador.

Para avaliação de *outliers* (diferenças discrepantes), utilizando o teste de *Grubbs* [3], ordenamos em ordem crescente os valores das diferenças D_{AB} (Tabela 2), determinamos os valores de G_{20} e G_1 (respectivamente último e primeiro valor da sequência de D_{AB}), e comparamos com o valor crítico de *Grubbs* ($G_{critico} = 2,709$), para 20 pares de amostras [3]. Se G_{20} e G_1 forem menores que $G_{critico}$, não há evidência da presença de *outliers*.

Tabela 2: Dados ordenados - Teste de *Grubbs*

Diferenças (D_{AB}) ordenadas									
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
-0,41	-0,39	-0,37	-0,33	-0,25	-0,21	-0,19	-0,16	-0,12	-0,11
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
-0,01	0,02	0,09	0,09	0,19	0,22	0,25	0,25	0,41	0,48

Analisando os dados da Tabela 2, temos que:

$$G_{20} = \frac{D_{AB20} - \bar{D}_{AB}}{S_{D_{AB}}} = 1,891 \text{ e } G_1 = \frac{-\bar{D}_{AB} - D_{AB1}}{S_{D_{AB}}} = 1,422, \text{ e portanto não há valores discrepantes.}$$

Em seguida, foram feitos testes para avaliar se a distribuição das diferenças D_{AB} é normal, e obteve-se: *Shapiro – Wilk*: p-valor = 0,4579; *Jarque-Bera*: p-valor = 0,5885 e *Anderson-Darling*: p-valor = 0,6099. Observe-se que estes testes só têm validade se as distribuições das diferenças das médias forem normais, caso contrário, os testes não têm poder conclusivo.

Como o p-valor $> 0,05$, para todos os diferentes testes, a distribuição de D_{AB} é aproximadamente normal. O p-valor é o nível descritivo do teste. Se ele for menor do que $\alpha = 0,05$ (que é o nível de significância do teste) o teste rejeitaria a hipótese de que a diferença das médias de amostragens A e B possui uma distribuição normal.

Aplicando o teste *t de Student*, obtivemos

$$T_{\text{crítico}} = \frac{\sqrt{k} \cdot \bar{D}_{AB}}{S_{D_{AB}}} = \frac{\sqrt{20} \cdot -0,0275}{0,2686} = 0,4579;$$

$$t_{\text{tabelado}} = 1,729$$

Como $T_{\text{crítico}} < t_{\text{tabelado}}$, os dois métodos são estatisticamente equivalentes.

O Intervalo de Confiança para D_{AB} (IC_{AB}) obtido foi:

$$IC_{AB} = \bar{D}_{AB} \pm t_{\text{tabelado}} \frac{S_{D_{AB}}}{\sqrt{k}} = -0,0275 \pm 1,729 \frac{0,2686}{\sqrt{20}} \cong [-0,13; 0,08]$$

Como IC_{AB} contém o zero, fica confirmado que os dois métodos são estatisticamente semelhantes.

Avaliando o vício entre os dois métodos, obtemos:

$$IC_{\delta} = \bar{D}_{\delta} \pm \frac{\beta_{SPM}}{2} = 0 \pm \frac{0,50}{2} = [-0,25; +0,25]$$

Como IC_{δ} contém IC_{AB} , o possível vício entre as amostragens A e B não é significativo, ou seja, as precisões entre os métodos são estatisticamente semelhantes. A Figura seguinte apresenta uma representação gráfica do vício definido previamente em relação às diferenças D_{AB} .

É importante ressaltar novamente, que o objetivo do trabalho foi encontrar uma metodologia alternativa, mais prática, menos dispendiosa de recursos humanos e financeiros, e que fosse capaz de obter resultados “próximos” dos resultados apresentados pela metodologia da Norma ISO.

O viés de estimação é diferença entre o valor esperado (média teórica) do estimador (método alternativo) e o valor do parâmetro a ser estimado (método tradicional, padrão ISO).

O que significa dizer que o método alternativo pretende ser um “estimador do método tradicional”. Então, nesse caso, um estimador não-viesado ou “não-viciado”, método alternativo,

é aquele que, em média, apresenta resultados próximos ao que pretende estimar, que é o método tradicional.

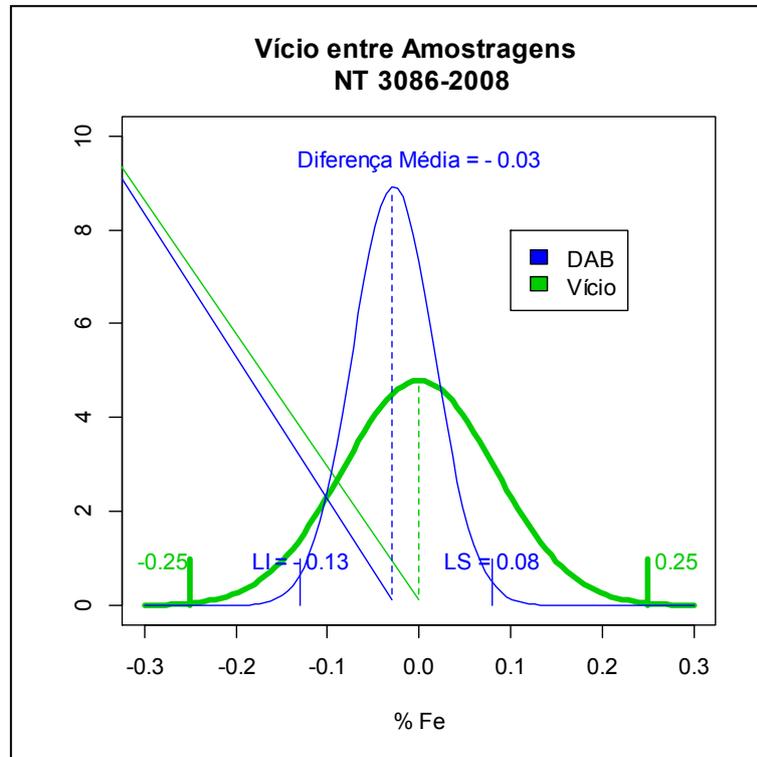


Figura: Avaliação gráfica do vício entre os métodos A e B

4- Conclusões

O método alternativo proposto pode ser utilizado em situações de emergência em que a torre de amostragem apresentar algum tipo de problema operacional ou encontrar-se em manutenção.

Essa mesma metodologia de avaliação comparativa de amostragem pode ser aplicada para desenvolver um amostrador mecânico simplificado, de baixo custo de investimento e de custeio, que venha a substituir a complexa torre de amostragem e principalmente preservar a segurança do operador.

Referências

- [1] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 3082:2011** - Minérios de ferro – Procedimento de amostragem e preparação de amostra;
- [2] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 3085:2003** - Minérios de ferro - Métodos experimentais para verificação da precisão de amostragem, preparação de amostras e medida;
- [3] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR ISO 3086:2008** - Minérios de ferro - Métodos experimentais para verificação do vício de amostragem;
- [4] BARBOSA, Juvenal J. – **Avaliação do processo de amostragem do ROM da mina de Fábrica Nova em Minas Gerais** – Monografia - UFOP – 2010;
- [5] BARNETT, V. – **Sample survey –Principles & methods** – third edition – John Wiley& Sons – 2002;
- [6] STUART, A. The ideas of sampling. Nova York: MacMillan Publishing Company, 1984;
- [7] GOMES, Mário Alzamora; ABREU, José F. – **Avaliação e minimização dos componentes de erro da amostragem, preparação e análise de minério de ferro através da aplicação da Teoria de Amostragem de Gy nos produtos Sinter Feed e Pellet Feed da Mina de Brucutu em Minas Gerais** – Monografia - UNICAMP – 2010;
- [8] GY, Pierre M. - **Sampling of particulate materials – Theory and practice**– Elsevier Scientific Publishing Company – Amsterdam – 1979;
- [9] PETERNELLI, L. A.; MELLO, M. P. – **Conhecendo o R. Uma visão estatística** – Editora Universidade Federal de Viçosa (UFV) – 2011;
- [10] R DEVELOPMENT CORE TEAM. **R: A language and environment for statistical computing**. R Foudantion for Statistical Computing, Vienna, Áustria, 2013. Disponível em: www.R-project.org. Acessado em agosto/2013;
- [11] SILVA, Maximiliano B. – **Padronização da amostragem do minério fino produzido em uma unidade de tratamento de minério do quadrilátero ferrífero em Minas Gerais** – Monografia - UFOP – 2010;