

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM)

DESENVOLVIMENTO DE UM NOVO PROTOCOLO DE AMOSTRAGEM DE CARVÃO  
MINERAL

Alexandre Grigorieff

Tese para obtenção do título de mestre em engenharia

Porto Alegre (RS)

2002

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM)

DESENVOLVIMENTO DE UM NOVO PROTOCOLO DE AMOSTRAGEM DE CARVÃO  
MINERAL

Alexandre Grigorieff

Tese para obtenção do título de mestre em engenharia

Trabalho realizado no Laboratório de pesquisa mineral e planejamento mineiro, Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM), como parte dos requisitos para obtenção do título de mestre em Engenharia.

Área de concentração: Tecnologia Mineral

Porto Alegre (RS)

2002

Esse trabalho foi julgado adequado como qualificação para tese de mestrado em Engenharia, área de concentração de Tecnologia Mineral e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. João Felipe Costa MSc PhD

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Carlos H. Sampaio (PPGEM) UFRGS

Prof. Dr. Leandro Fagundes (PPGEM) UFRGS

Prof. Dr. Homero Dalboni Jr. (Depto. Eng. Minas) USP

Prof. Dr. Jair Carlos Koppe

Coordenador do PPGEM

**“Este trabalho é dedicado  
às minhas filhas, Alexandra e Roberta e  
à minha esposa, Jacqueline”**

## AGRADECIMENTOS

À Copelmi Mineração Ltda., particularmente ao Dr. Carlos Faria e ao Dr. César Faria, pela possibilidade de execução de todo o trabalho.

Ao Professor Dr. João Felipe C. L. Costa pelo tema, orientação, incentivo, apoio técnico e amizade.

Ao Eng. Cezar Armando Medina Pinto, Gerente de Produção da Copelmi Mineração Ltda., pelo apoio recebido e pela amizade.

Aos colegas da Copelmi: Feijó, Mário, Adolfo e Bonifácio pela atenção, motivação e bons momentos no trabalho diário.

Aos professores do Departamento de Engenharia de Minas e do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas e dos Materiais.

Ao aluno Tiago Webber pelo grande auxílio prestado na confecção dos desenhos e na formatação da tese.

Às minhas filhas, Alexandra e Roberta, e à minha esposa, Jacqueline, pela compreensão, carinho e amor.

À todas as pessoas que, de alguma forma, auxiliaram na conclusão deste trabalho

## EPÍGRAFE

Em dezembro de 2000, completaram-se cem anos da teoria quântica, uma das mais bem sucedidas teorias da física que, além de propiciar um melhor conhecimento do funcionamento do modelo atômico, possibilitou a revolução eletrônica com o desenvolvimento do transistor, do circuito integrado e de todos os produtos que utilizam estes componentes.

A teoria quântica, desenvolvida inicialmente pelo físico alemão Max Planck, tentava explicar a grande dúvida existente sobre as duas teorias para a luz, ora descrita como onda, ora como partícula. Este modelo explicava a luz como uma onda que, em alguns momentos, se comportava como uma partícula. Este conceito foi utilizado também para explicar a estrutura do átomo.

O modelo quântico é um modelo probabilístico e não determinístico, como a grande maioria das leis físicas; nele existe uma chance do elétron estar numa certa posição, com uma certa velocidade, mas nunca uma certeza. Isto decretou o fim das certezas; passamos a considerar a probabilidade. Alguns físicos não aceitavam o fato deste modelo ser probabilístico, inclusive Einstein, (que colaborou com o desenvolvimento do modelo quântico), demonstrou sua incredulidade dizendo a seu colega, John Archibald Wheeler: “Deus não joga dados”.

Os cem anos da teoria quântica provaram que Deus joga dados e, desta vez, Einstein estava errado.

O que ocorre nas empresas é similar ao modelo quântico. Nós não temos certeza se uma entrega chegará no dia previsto, se a quantidade de sucata será igual ao mês anterior, se o rendimento dos equipamentos será igual a um determinado valor. Existe uma chance, uma probabilidade para que estes eventos ocorram. Precisamos considerar que a variabilidade está sempre presente nos processos e, graças a ela, existem defeitos.

Deus joga dados, e se quisermos aprimorar os processos e reduzir custos nós necessariamente teremos que ter um conhecimento maior das leis da probabilidade e estatística para, nas palavras de Einstein, “Entender a mente de Deus”.

*Texto extraído do Boletim Causa & Efeito de janeiro de 2001, nº 8 da Siqueira Campos Associados*

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	XII
LISTA DE TABELAS	XIV
RESUMO	XVI
ABSTRACT	XVIII
1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Introdução	1
1.2 Trabalhos relevantes sobre amostragem de materiais particulados	4
1.3 Finalidades e objetivos desta dissertação	5
1.4 Método	7
1.5 Organização da dissertação	8
2 TEORIA DA AMOSTRAGEM – ABORDAGEM QUALITATIVA	10
2.1 Introdução	10
2.2 Introdução do problema amostral de materiais particulados	10
2.3 Seleção de amostras	13
2.3.1 Qualidades “a-posteriori”	13
2.3.2 Qualidades “a-priori”	17
2.3.3 Amostragem de correntes em movimento (fluxo de material)	18
2.3.4 Amostragem de uma corrente parada	19
2.4 Erros de amostragem	20
2.4.1 Erro de materialização	20
2.4.2 Erro de delimitação	22
2.4.2.1 Amostragem de correntes de material em movimento – amostradores corretos e amostradores com problemas	22
2.4.2.2 Amostradores de linha reta	23

2.4.2.3 Amostradores giratórios	25
2.4.2.4 Condições da amostragem correta envolvendo a velocidade de corte do amostrador	27
2.4.2.5 Condições da amostragem correta envolvendo o lay-out da instalação	29
2.4.3 Erro de extração dos incrementos	31
2.5 Erro de preparação de amostras	33
2.6 Erros de amostragem associados a variabilidade do material amostrado	36
3 TEORIA DA AMOSTRAGEM – ABORDAGEM QUANTITATIVA	38
3.1 Classificação dos lotes	38
3.1.1 Lotes tridimensionais	39
3.1.2 Lotes bidimensionais	39
3.1.3 Lotes unidimensionais	39
3.1.4 Lotes zero-dimensionais	40
3.2 Heterogeneidade dos lotes	41
3.2.1 Heterogeneidades de um lote zero-dimensional	41
3.2.2 Heterogeneidades de um lote unidimensional	41
3.2.3 Heterogeneidades de um lote bidimensional	42
3.2.4 Heterogeneidades de um lote tridimensional	42
3.3 Heterogeneidade de materiais particulados	43
3.3.1 Heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ )	44
3.3.2 Heterogeneidade de distribuição de lote ( $HD_L$ )	45
3.3.3 Heterogeneidade de constituição do lote ( $\overline{HC_n}$ ) dentro do grupo de partículas médio	47
3.3.4 Conceito da heterogeneidade de distribuição mínima ( $(HD_L)_{min}$ .	47
3.3.5 Heterogeneidade de distribuição máxima ( $(HD_L)_{máx}$ .	49
3.3.6 Heterogeneidade invariante do lote ( $HI_L$ )	51
3.4 Erro fundamental	54



3.4.1 Média do erro fundamental – $m(EF)$	56
3.4.2 Variância $s^2(EF)$ do erro fundamental	57
3.4.3 Exemplos de cálculo do erro fundamental	60
3.5 Erro de segregação e grupamento	63
3.5.1 Anulação do erro de segregação e grupamento	65
3.5.2 Minimização da variância do erro de segregação e grupamento ( $s^2_{ESG}$ )	65
3.6 Erro de integração	67
3.6.1 Natureza da função $x(t)$	69
3.6.2 Caracterização da função $x(t)$	70
3.6.3 Exemplos de variogramas	73
3.6.4 Planejando um experimento variográfico	75
3.6.5 Funções auxiliares do variograma	76
3.6.6 Formas dos intervalos de tomada de incrementos	77
3.6.7 Funções de geração de erro $W(j)$	78
3.6.8 Estimativa da ordenada $v(0)$ do variograma	79
3.6.9 Cálculo da integral ponto-a-ponto	80
3.6.10 Cálculo ponto-a-ponto das funções auxiliares das funções de geração de erro	82
3.7 Variograma e a autocorrelação	86
3.8 Erro total da amostragem	87
3.9 Verificação do erro sistemático na amostragem	88
4 METODOLOGIA PARA VERIFICAÇÃO DA EQUIDADE DAS DETERMINAÇÕES ENTRE DOIS LABORATÓRIOS	91
4.1 Introdução	91
4.2 Noções de qualidade	92
4.3 Teste da discrepância entre duas series de estimativas independentes	94
4.3.1 Teste de Student-Fisher	94
4.3.2 Implementação do teste de Student-Fisher	95

4.3.3 Exemplos da implementação do teste de Student-Fisher	99
5 PARTE EXPERIMENTAL COM ESTUDO DE CASOS	104
5.1 Introdução	104
5.2 Estudo de casos de carvões brasileiros	104
5.2.1 Medição do erro total da amostragem manual em pilha	105
5.2.1.1 Avaliação estatística através do emprego do método Anova de dois fatores	107
5.2.1.2 Comparativo dos limites calculados através da teoria da amostragem com as diferenças pela mudança de posição do lote	116
5.2.2 Verificação da existência da significância estatística na amostragem mecânica probabilística	121
5.2.2.1 Comparativo dos resultados de amostragem de um mesmo lote passando duas vezes pelo circuito de blendagem	122
5.2.2.2 Comparativo dos resultados de amostragem obtidos por um mesmo lote processado pela planta de lavagem e pela planta de blendagem	124
5.3 Verificação das etapas mais críticas do processo de preparação de amostras	126
5.4 Determinação do erro de integração segundo a teoria da amostragem	132
5.4.1 Determinação do grau de variância do erro de integração em carvões brasileiros	132
5.4.2 Verificação da aplicabilidade da metodologia definida pela teoria da amostragem na determinação da variância do erro de integração	141
5.5 Análise das normas brasileiras de amostragem e preparação de amostras de carvão mineral	145
5.5.1 Análise da norma NBR 8291/83 de amostragem de carvão mineral bruto e/ou beneficiado	146
5.5.2 Análise da norma NBR 8292/83 de preparação de amostras de carvão mineral para análise e ensaios	150
5.6 Proposição de um novo protocolo de amostragem e preparação de carvões brasileiros	154
5.6.1 Aspectos Gerais	154

5.6.2 Precisão da Amostragem	156
5.6.3 Definição do protocolo de preparação da amostra	159
5.6.4 Cuidados que devem ser tomados no processo de preparação da amostra	165
6 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	167
6.1 Conclusões	167
6.2 Restrições e recomendações	169
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	171

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Fluxo da amostra em um processo produtivo.	11
Figura 2.2 Formas de amostragem de correntes em movimento.	18
Figura 2.3 Gabarito para amostragem em correia transportadora.	19
Figura 2.4 Representação gráfica da delimitação correta da amostra em transportador de correia.	23
Figura 2.5 Exemplo de delimitação de amostra incorreta.	24
Figura 2.6 Delimitação do incremento incorreta – material aderido nas paredes do amostrador.	24
Figura 2.7 Amostrador do tipo “flap” – sempre incorreto.	25
Figura 2.8 Amostrador giratório – geometria correta.	26
Figura 2.9 Amostrador giratório – abertura retangular incorreta.	26
Figura 2.10 Amostradores giratórios – outras aberturas incorretas.	27
Figura 2.11 Delimitação incorreta do incremento – velocidade de corte não é constante.	28
Figura 2.12 Esquema correto de translação e repouso de um amostrador.	29
Figura 2.13 Esquema incorreto – parte da corrente não é cortada pelo amostrador.	30
Figura 2.14 Esquema incorreto – parte do fluxo coletada com amostrador na posição de repouso.	30
Figura 2.15 Esquema incorreto – amostrador recíproco sem uma das posições de repouso.	30
Figura 2.16 Partículas tomadas de forma correta e incorreta de acordo com seu centro de gravidade.	31
Figura 3.1 Duas formas de representação do lote L.	68
Figura 3.2 Processos contínuos, descontínuos e estocásticos.	70
Figura 3.3 Representação do lote L através de $Q = 60$ incrementos $I_g$ .	71
Figura 3.4 Cálculo do variograma col lag $j = 2$ .	73

Tabela 3.5 Variograma de alimentação de uma planta de beneficiamento de urânio.	75
Figura 3.6 Variograma da alimentação de um forno de cimento. A heterogeneidade $h_q$ está em termos do teor de CaO.	74
Figura 3.7 Estimativa prática da integral do variograma.	81
Figura 3.8 Intervalo de tempo necessário para obtenção da reprodutibilidade para diferentes formas de tomada de amostras.	85
Figura 3.9 Influência da autocorrelação sobre uma série ordenada.	86
Figura 3.10 Distribuição dos erros de amostragem.	88
Figura 5.1 Fluxograma de preparação de amostras de carvão dos lotes 22 até 28.	128
Figura 5.2 Fluxograma de preparação de amostras de carvão dos lotes 29 até 33.	130
Figura 5.3 Gráficos do teor de cinzas por incremento de cada lote estudado.	134 135 136
Figura 5.4 Variogramas dos lotes 34, 35, 36, 37, 38 e 39.	138 139 140
Figura 5.5 Médias de cinzas para lag igual a dois.	143
Figura 5.6 Fluxograma de preparação de amostras de carvão segundo NBR 8292/83.	151

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Resumo dos teores analisados em dois laboratórios.	16
Tabela 3.1 Cálculo da variância do erro fundamental (EF).	62
Tabela 3.2 Resultados do teor de cinzas para as formas A, B e C de preparação.	66
Tabela 3.3 Cálculo da variância do erro fundamental.	66
Tabela 3.4 Cálculos das funções auxiliares e funções de geração de erro de um variograma.	84
Tabela 3.5 Resultados de precisão para cada uma das formas de amostragem.	84
Tabela 4.1 Verificação da equidade dos resultados do teor de umidade entre Copelmi e Gerasul.	101
Tabela 4.2 Verificação dos resultados de teor de cinzas entre Copelmi e Gerasul.	102
Tabela 5.1 Resultados de teor de cinza dos lotes 1 a 6.	107
Tabela 5.2 Forma típica de apresentação de dados em análise de variância de dois fatores.	109
Tabela 5.3 Resultados de teor de cinzas do lote 1.	111
Tabela 5.4 Resultado de ANOVA dois fatores para os lotes 1, 2 e 3.	114
Tabela 5.5 Resultados das análises pelo ANOVA de dois fatores dos lotes 4, 5 e 6.	115
Tabela 5.6 Cálculo das variâncias de erro do Lote 1.	118
Tabela 5.7 Teores de cinza dois processamentos do lote pela planta de blendagem.	122
Tabela 5.8 Cálculo das variâncias de erro do lote 7.	123
Tabela 5.9 Resultados de teor de cinzas e faixas de precisão.	124
Tabela 5.10 Comparativo de teor de cinzas entre duas unidades industriais.	125
Tabela 5.11 Comparativo das precisões dos circuitos de amostragem conforme Gy.	125
Tabela 5.12 Resultados de teor de cinzas e faixas de precisão da blendagem e lavagem.	126
Tabela 5.13 Resultados dos teores de cinza dos fluxogramas 1 e 2.	127
Tabela 5.14 Resultados da variância do erro fundamental de cada estágio de preparação.	129
Tabela 5.15 Resultados do teor de cinzas por incremento coletado do lote 36.	133

Tabela 5.16 Cálculo do erro de integração do lote 36.	142
Tabela 5.17 Estimativas de precisão da amostragem por intervalo de tempo – lote 36.	142
Tabela 5.18 Resultados da amostragem e faixas de precisão do lote 36.	143
Tabela 5.19 Resultados de amostragem e faixas de precisão calculadas.	144 145
Tabela 5.20 Número de incrementos mínimo – NBR 8291/83	147
Tabela 5.21 Massa mínima de amostra em kg – NBR 8292/83.	151
Tabela 5.22 Cálculo das variâncias de erro segundo procedimento de procedimento de preparação da NBR 8292 para o carvão do tipo A – top-size de 152 mm.	152
Tabela 5.23 Cálculo das variâncias de erro segundo procedimento de preparação da NBR 8292.	153
Tabela 5.24 Modelo de planilha para realização do cálculo de $\hat{\sigma}_{EF_p}$ .	159
Tabela 5.25 Planilha de cálculo da $\hat{\sigma}_{EF_p}$ do exemplo 5.3.	162
Tabela 5.26 Planilha de cálculo da $\hat{\sigma}_{EF_p}$ do exemplo 5.4.	165

## RESUMO

As discrepâncias nos resultados de análises de materiais informados tanto pelo produtor quanto pelo consumidor são um problema comum na maioria das indústrias. Os contratos comerciais na indústria mineral normalmente penalizam o produtor quando uma determinada característica do minério exceder os limites estabelecidos. As diferenças nos resultados de análise são devidas a muitas formas de erro. Contratos rígidos impõem ao minerador o emprego de um rigoroso programa de controle de qualidade e nestas situações a amostragem possui um papel fundamental.

Esta tese tem por objetivo propor um novo protocolo de amostragem e preparação de amostras que garanta a representatividade desejada pelas partes, produtor e consumidor.

O estudo inicia fazendo-se uma abordagem qualitativa da amostragem, sendo enfocados os conceitos de representatividade e amostragem probabilística. É feita uma apresentação dos tipos de erros existentes em um protocolo amostral e são apresentados exemplos de problemas que ocorrem devido à falta de cuidado no dimensionamento e operação de amostradores e durante o processo de preparação da amostra.

A seguir, é efetuada uma abordagem quantitativa da amostragem onde é apresentado o equacionamento matemático da teoria da amostragem de Gy. Tendo em vista as diferenças de resultados que usualmente ocorrem entre laboratórios é introduzida uma metodologia para a verificação da equidade destas determinações através do estudo de alguns casos.

A definição do novo protocolo de amostragem foi baseada na teoria da amostragem de Gy. Para tanto, foi realizado o estudo de quatro casos com a finalidade de confirmar os princípios mais importantes da teoria da amostragem. Nos ensaios foram realizadas a medição do erro total da amostragem em pilha e a verificação da existência de significância estatística deste erro em relação à disposição do carvão no depósito, foi realizada a verificação da significância do erro total na amostragem mecânica probabilística, a verificação das etapas mais críticas do processo de preparação de amostras, a determinação do erro de integração dos vários tipos de carvões testados e foi verificada a aplicabilidade da análise variográfica para a determinação do erro de integração.

Os resultados encontrados mostraram a validade dos conceitos empregados pela teoria da amostragem e indicaram a impropriedade das normas brasileiras de amostragem e preparação de carvão, NBR 8291 e 8292, para garantir a representatividade da caracterização de um determinado lote de carvão. É proposto um novo protocolo de amostragem de carvão



mineral, o qual leva em consideração a variabilidade das partículas componentes do lote e as formas de amostragem e preparação da amostra.

Conclui-se que é possível dimensionar um sistema de controle de qualidade do carvão que seja capaz de estimar a precisão desejada e que garanta a representatividade do resultado acordada entre as partes. Por fim, é sugerida a modificação das normas brasileiras existentes.

## ABSTRACT

Quality control demands laboratory analyses by producer and consumer in the minerals and particulate materials industry. Discrepancies between these two analysis are commonly found. In the mineral industry, the commercial contracts usually penalizes the producer when any of ore characteristics exceeds established limits. Analytical differences are due to various sources of error.

This thesis aims at developing a sampling and preparation protocol able to guarantee the representativeness, considering both the accuracy and precision defined by miner and customer.

The study starts with the sampling qualitative approach, where the concepts of representativeness and probabilistic sampling are discussed. Sampling errors which can occur in a sampling protocol are presented. Next, a quantitative sampling approach is presented. The error variance calculations based on sampling theory are developed. Considering analytical differences between labs, it is proposed a methodology to verify results equity. Gy's sampling theory results were validated using a series of assays.

Firstly, the assays derived from manual sampling total error were checked against the results predicted by sampling theory equations after the lot was moved to another position of deposit. Additionally a series of tests were used to verify the reproducibility of a mechanical and probabilistic sampling system. In this case, the results could be forecasted by Gy's sampling theory. Complementary tests examined the integration errors for various types of coal. Variogram was used to calculate the integration error variance. It was defined a procedure to identify the sample preparation most critical steps in terms of error variance.

The results of these studies confirm the validity of concepts defined by sampling theory and indicates that the Brazilian Sampling and Preparation Standards, NBR 8291 and NBR 8292, do not guarantee the lot quality representativeness. The sampling and preparation protocol proposed incorporates the variability of the lot particles and the sampling and preparation methods.

Finally, this study concludes that it is possible to design a coal quality control system able to estimate the quality of a lot, obtaining accuracy and precision defined by the parts, miner and customer.

# Capítulo 1

## Introdução

### 1.1 Introdução

O processo de globalização que vivemos hoje revela uma integração da economia mundial sem precedentes na história da humanidade. Este processo acarretou o aguçamento da competitividade entre os países e, principalmente, entre as empresas. As empresas tem sido forçadas a uma busca incessante, exaustiva e, muitas vezes, vital pela redução de custos, através do aumento de sua produtividade, afim de se manterem competitivas em seus mercados.

Dentro deste cenário tem despontado, cada vez mais, a preocupação pela qualidade dos produtos. O planejamento da produção, a forma de sua execução e o controle de qualidade são itens importantes, se bem empregados, para a manutenção ou conquista de novos mercados. Por outro lado, quando a qualidade do produto de uma empresa não recebe a devida importância, o seu controle de qualidade pode ser executado de forma errônea, falha ou displicente. Isto poderá afetar as relações com o mercado podendo acabar se transformando no pivô do malogro desta empresa.

Assim, nos últimos anos, o controle de qualidade teve a sua importância multiplicada. Além da necessidade de produzir produtos com qualidade, tornou-se importante quantificar a precisão do processo de controle de qualidade. A medição dos erros gerados, bem como as suas variâncias, é fundamental para propiciar a manutenção da confiabilidade dos resultados de qualidade obtidos para um produto comercializado.

Não existe novidade quando alguém afirma que um negócio só é realmente bom quando é bom para ambos os lados. Portanto, para não prejudicar o negócio é preciso que os resultados do controle de qualidade não apresentem erros tendenciosos para nenhum dos lados, produtor ou consumidor. Além disto, o erro (aleatório) apresentado não deve ter uma variabilidade maior que a aceitável entre as partes. A busca da melhor precisão nos resultados do controle de qualidade deve sempre levar em consideração a quantificação do aumento dos custos envolvidos. De qualquer forma, uma precisão maior propicia uma melhor base para a tomada

de decisões, as quais são empregadas para a boa condução do negócio.

No caso da indústria mineral, o controle de qualidade pode ser dividido em três etapas:

- i. amostragem ou seleção da amostra;
- ii. preparação da amostra;
- iii. análise da amostra preparada.

A amostragem pode ser entendida como sendo uma operação de retirada de uma fração representativa do lote que se deseja caracterizar. A preparação da amostra envolve todos os processos (homogeneização, quarteamento, britagem, moagem, secagem, etc.) que a amostra sofre até estar apta para ser analisada. A análise é o processo que efetuará a determinação do valor da característica do produto pesquisada.

O alicerce de um bom programa de controle de qualidade está baseado na execução correta da operação de amostragem. Isto é obtido através do estabelecimento de um programa de amostragem que seja tanto acurado quanto preciso. Embora as técnicas de amostragem utilizadas na indústria mineral continuem a melhorar, a amostragem ainda é uma área muitas vezes negligenciada. Com frequência, a amostragem e a preparação da amostra são deixadas para serem executadas por pessoas que não compreendem a fundo os seus significados. Em consequência, as avaliações da qualidade dos produtos gerados são baseadas em amostras com sérios erros sistemáticos (tendenciosos), provocando problemas para a aceitação dos lotes ou para a economicidade dos processos onde estes produtos minerais serão usados.

Muitas empresas dispõem muito dinheiro para a modernização e melhoria de seus laboratórios. A utilização de modernos e caros equipamentos fez com que a precisão da análise tenha alcançado níveis bastante elevados, muitas vezes, de algumas casas após a vírgula. Nada disso adianta se as operações de amostragem e de preparação da amostra são falhas. Resumindo, para que o resultado da análise seja confiável é necessário que todo o processo de controle de qualidade seja confiável.

A representatividade de uma amostra ocorre quando existe a combinação da acuracidade e da reprodutibilidade. A acuracidade pode ser entendida como sendo a minimização do erro sistemático da amostragem. Para exemplificar a acuracidade podemos citar: a média das diferenças entre as séries de medidas de um mesmo parâmetro realizadas por dois laboratórios deve tender a zero. Sob o ponto de vista estatístico, a acuracidade é uma propriedade da média. A minimização dos erros sistemáticos ou tendenciosos faz com que exista um aumento da acuracidade. A reprodutibilidade, ou precisão é a medida da

dispersão das estimativas em torno do estimador real e desconhecido, independente da existência de quaisquer erros sistemáticos afetando estas estimativas. Empregando o exemplo da acuracidade citado acima, a variação existente entre as diferenças de resultados entre os dois laboratórios indicaria uma maior ou menor reprodutibilidade. Em termos estatísticos, a precisão é o resultado da variância da distribuição das estimativas. É errado confundir a noção de precisão com a noção de acuracidade (Pitard, 1996).

Como a média do erro e a variância do erro nunca são nulas estruturalmente, a representatividade de uma amostra ocorre quando a combinação destes dois fatores apresenta valores menores que o máximo estabelecido entre as partes interessadas, usualmente produtor e consumidor.

No caso do carvão mineral, com exceção da norma ISO/DIS 13909 (ISO, 1998), que ainda encontra-se em discussão, todas as outras normas técnicas existentes hoje não garantem a obtenção de uma amostra representativa. Embora o carvão mineral seja um dos materiais mais difíceis de serem amostrados devido a sua heterogeneidade, as normas técnicas não exigem que a amostragem seja probabilística. A regra básica para uma amostragem correta é a de que todas as partículas que compõem o lote tenham a mesma probabilidade de serem coletadas e assim tornarem-se parte da amostra final que será objeto da análise. Some-se a isto, o fato de que as normas de amostragem atuais não mencionam a existência de erros de amostragem. Como não os mencionam, também não os discretizam, nem propõem formas para determiná-los e minimizá-los.

Embora quase todos os erros possam ser eliminados, existe um erro, denominado Erro Fundamental, que não pode ser zerado. Como consequência, sempre existirá um erro associado ao resultado de qualidade de um lote. Como o resultado de qualidade de um lote nunca é um valor exato, interpreta-se que este resultado apresenta um comportamento de natureza estocástica. Infelizmente, este comportamento não é levado em consideração nos contratos de comercialização de carvão, ocasionando freqüentes desentendimentos entre as partes e suscitando dúvidas sobre a qualidade dos trabalhos executados nos laboratórios.

A noção de equidade para a amostragem comercial é de extrema importância. A comercialização de minérios quase sempre consiste de uma série de embarques de um mesmo produtor para um mesmo consumidor. Estes embarques são regidos por contratos de longo prazo que envolvem dezenas, centenas ou até milhares de lotes. De acordo com estes contratos, o preço de compra de cada lote é determinado em termos de peso e dos teores críticos medidos nas amostras tomadas. O processo de amostragem é dito equitativo somente se não possui

erros sistemáticos (tendenciosos) em alguma ou em ambas as partes. Para verificar a existência ou não da equidade entre os resultados, é necessário o emprego de técnicas de análise estatística.

## **1.2 Trabalhos relevantes sobre amostragem de materiais particulados**

A teoria de amostragem proposta por Gy em 1951 somente começou a ser considerada e melhor compreendida no meio científico nos últimos anos. Embora o número de trabalhos desenvolvido nesta área de conhecimento não tenham sido muitos, existem algumas contribuições significativas como as abaixo descritas:

Em estudos realizados por Gy e Marin (1978) sobre amostragem não tendenciosa de uma corrente de material particulado em movimento, são descritos os experimentos efetuados e apresentados resultados obtidos para a definição das condições da extração dos incrementos correta.

Saunders et al.(1989), determinam a variância do erro da amostragem de uma corrente em movimento através do método variográfico simplificado, apresentam o estado da arte para determinação da variância do erro da média de amostras tomadas de uma corrente em movimento. Os mesmos autores também propõem um método simplificado para medida da variância do erro, empregando somente resultados de variogramas lineares.

Rose (1990), propõe uma nova abordagem para o teste de erros tendenciosos de sistemas de amostragem mecânicos de carvão, utilizando a estatística não-paramétrica e os intervalos de confiança ajustados pelo método de Bonferoni.

Lwin et al. (1997), discutem o projeto e análise de experimentos de redução de massa-granulometria para materiais particulados amostrados.

Saunders e Robinson (1988), introduzem a amostragem aleatória restrita estratificada, propondo um método de amostragem que se intercala entre a amostragem sistemática e a amostragem estratificada randômica.

Hodovin e Ketata (1979), discutem a variância das composições de correntes média, obtida por amostragem automática mecânica.

Gy (1979), apresenta uma discussão abrangente sobre amostragem de materiais particulados, introduzindo a teoria da amostragem.

Mathar e Rauhut (1983), apresentam procedimentos de amostragem de sólidos particulados, considerando a utilização de um modelo estocástico para determinação da porção de material que deve ser incluída na amostra.

Karalus (1983), discute a amostragem e divisão de sólidos particulados, descrevendo várias possibilidades de amostragem e tipos de equipamentos disponíveis para divisão de amostras.

Merks (1985), propõe sistemas de amostragem mecânicos para grandes capacidades de processamento, discutindo o dimensionamento dos sistemas de amostragem sob o ponto de vista operacional e de estatístico.

Plowman (1985), introduz aspectos práticos da amostragem, abordando as vantagens e desvantagens da seleção de vários equipamentos de um sistema de amostragem.

Gy e Marin (1978), discutem a amostragem não tendenciosa de uma corrente de material particulado em movimento, descrevem os experimentos e resultados obtidos para a definição das condições da extração dos incrementos correta.

Corriveau e Laurila (1997), apresentam uma nova fórmula de cálculo da massa mínima de amostra aplicada à amostragem de carvão.

### **1.3 Finalidade e objetivos desta dissertação**

A teoria da amostragem, tendo como base o trabalho desenvolvido por Gy (1979), apresenta uma lógica que não é seguida pelas normas de amostragem e preparação de amostras de carvão existentes, especialmente as normas brasileiras NBR 8291 e NBR 8292 (ABNT, 1983).

As normas técnicas não levam em consideração a heterogeneidade do carvão e assim desconsideram a geração de erros nos processos de amostragem e preparação de amostras. Em consequência, cria-se a falsa impressão de que o resultado obtido é um valor exato e representativo do lote amostrado, desde que a norma seja seguida. Na prática, estas normas trazem dificuldades no relacionamento entre as empresas, em função das diferenças

encontradas nos resultados do controle de qualidade. Quando estes problemas ocorrem a solução empregada é de natureza puramente comercial, ao invés de ser técnico-científica como seria o mais indicado.

Neste trabalho serão efetuados estudos de casos de amostragem de carvões brasileiros tendo como finalidade a definição de um protocolo de amostragem e preparação de amostras para atendimento de uma determinada acuracidade e uma determinada reprodutibilidade. Caso se chegue a um processo amostral inovador e superior às práticas existentes, o mesmo poderá ser empregado, por exemplo, na confecção de contratos de comercialização, no que se refere aos itens de controle de qualidade, e poderá ser aplicado para a obtenção das amostras empregadas no controle de qualidade de processos de beneficiamento.

Para o atendimento destas finalidades foram definidos os seguintes objetivos:

- i. propor mecanismo para medir o erro total da amostragem manual em pilha, de caráter não probabilístico e verificar se o erro apresenta significância estatística;
- ii. propor método para medir a significância do erro total provocado na amostragem mecânica probabilística;
- iii. desenvolver método para comparar e avaliar os erros dos dois tipos de amostragem;
- iv. verificar a aplicabilidade da análise variográfica sobre os resultados dos incrementos de um lote para definir o comportamento do erro de integração da amostragem mecânica probabilística;
- v. estabelecer procedimento para a medida do erro de preparação amostral, gerado pelas reduções de massa de amostra coletada e do seu “top-size”;
- vi. estabelecer procedimento para efetuar a validação da fórmula de determinação do erro fundamental;
- vii. estabelecer método de verificação de resultados encontrados em laboratórios distintos caracterizando os mesmos lotes;
- viii. desenvolver e propor um protocolo de amostragem e preparação de amostras de carvão, de modo que a precisão desejada pelas partes interessadas seja obtida.



## 1.4 Método

O trabalho será desenvolvido através da utilização de técnicas e teorias de probabilidade e estatística para verificação e determinação da magnitude dos erros de amostragem. Os planos de amostragem probabilística fazem uso das teorias de probabilidade combinando o procedimento de seleção de amostras com o procedimento para a sumarização dos resultados obtidos, a partir dos quais podem ser calculados os riscos e serem efetuadas inferências. Para uma dada série de condições existem vários planos de amostragem possíveis, todos válidos, mas diferindo em velocidade de execução, simplicidade, custo e precisão.

Escolheu-se para estudo de caso as práticas de amostragem utilizadas na Mina do Recreio, pertencente à Copelmi Mineração Ltda. e localizada no município de Butiá, RS. A característica do carvão estudada foi o teor de cinzas.

Inicialmente foi efetuada a verificação dos erros totais existentes das amostragens de natureza probabilística e não-probabilística. Estes erros foram avaliados através de técnicas de análise de experimentos, tais como: ANOVA (Montgomery, 1997). A amostragem não-probabilística foi estudada com o emprego da amostragem manual (com pá) realizada em pilhas de carvão. As pilhas de carvão foram amostradas mais de uma vez em diferentes locais de deposição. A mudança de posição destas pilhas permitiu uma mudança nas posições de deposição das partículas que as constituíam. O erro da amostragem probabilística foi estudado através da comparação dos resultados obtidos para um mesmo lote, passando pelo mesmo sistema de amostragem mecânico. A ANOVA (Análise de Variância) de dois fatores foi adotada para analisar os resultados dos testes de amostragem efetuados.

O erro total da amostragem probabilística foi decomposto no erro de materialização (oriundo da seleção, extração e preparação da amostra) e no erro de integração (função da variabilidade do material amostrado).

O erro de integração foi analisado com técnicas de cronoestatística. O variograma foi a ferramenta utilizada para efetuar a análise da heterogeneidade dos teores de cinzas e de enxofre do carvão constituinte do lote. O variograma mede as variâncias da amostragem em função do tempo.

O erro de materialização foi verificado através da inspeção dos sistemas de amostragem e preparação de amostras utilizados nos estudos de casos. O objetivo destas inspeções foi a certificação da correção amostral destes equipamentos e sistemas.

Também foi tratada a equidade de teores de um mesmo lote, os quais foram medidos e fornecidos por laboratórios diferentes. Para ilustrar a técnica de verificação da equidade foram tomados dois exemplos práticos. A análise estatística das diferenças encontradas entre lotes foi realizada com o uso do teste de Student-Fisher (Gy, 1979). Este tipo de teste permite verificar se os resultados encontrados pelos laboratórios apresentam erros tendenciosos e se estes erros, quando ocorrem, estão dentro de uma faixa de precisão aceitável.

As conclusões das análises e dos testes realizados foram importantes para a definição de um protocolo de amostragem de carvões brasileiros baseado na acuracidade e precisão desejadas para o resultado da característica pesquisada.

### **1.5 Organização da dissertação**

Esta dissertação foi subdividida em seis capítulos:

No Capítulo 1 faz-se a introdução do assunto e apresenta-se o problema.

No Capítulo 2 efetua-se uma abordagem da teoria da amostragem sob o ponto de vista qualitativo. A abordagem qualitativa se preocupou em apresentar os fatores que permitem a obtenção da acuracidade da amostragem. São revistos os conceitos que servem de base da teoria da amostragem, os tipos e modelos de processos de amostragem por incrementos.

No Capítulo 3 apresenta-se uma abordagem quantitativa dos processos de amostragem, onde são identificados e comentados os fatores que permitem a obtenção da reprodutibilidade de um processo de amostragem correto.

No capítulo 4 tratam-se os problemas existentes na amostragem comercial. É feita a descrição da técnica de verificação da existência da equidade entre laboratórios distintos, sendo apresentados dois exemplos práticos.

No capítulo 5 apresentam-se e estudam-se vários casos de amostragens de carvão realizadas na Mina do Recreio. São tratados os erros de amostragem probabilística e não-probabilística, estudados os erros de integração com o auxílio de variogramas, calculadas as precisões da amostragem e preparação da amostra no tocante a redução de massa em função da granulometria. É efetuada a comparação das regras básicas da teoria da amostragem com a prática adotada pelas normas brasileiras de amostragem e preparação de amostras de carvão

mineral, ABNT 8291 e ABNT 8292, respectivamente. Por fim, é proposto um protocolo de amostragem de carvões brasileiros.

No Capítulo 6 apresentam-se as conclusões do trabalho efetuado.

## Capítulo 2

# Teoria da amostragem – abordagem qualitativa

### 2.1 Introdução

Este capítulo tem por finalidade apresentar e explicar os conceitos e problemas considerados fundamentais para a compreensão da teoria da amostragem e que servirão de base para a definição do protocolo de amostragem. O maior enfoque dado é qualitativo, tendo como fim, apresentar ferramentas que possibilitem a obtenção de uma maior acuracidade através da minimização dos erros sistemáticos ou tendenciosos de amostragem e preparação de amostras de carvão. É feita uma introdução à questão quantitativa do erro de amostragem, a qual será aprofundada no próximo capítulo. Este capítulo compreende as seguintes seções: introdução ao problema amostral de materiais particulados; seleção de amostras; erros de amostragem; erros de preparação de amostras e erros de amostragem associados a variabilidade do material amostrado.

### 2.2 Introdução ao problema amostral de materiais particulados

Ao iniciarmos a discussão do assunto amostragem, a primeira pergunta que vem à tona é, justamente, “o que é a amostragem?”. A amostragem é definida como uma operação de retirada de uma porção de material representativa de uma massa maior (lote), a qual se deseja caracterizar. A amostra retirada deve preservar o máximo possível a composição original do lote (Dereck, 1995). Considera-se impossível analisar um lote como um todo porque a análise geralmente é destrutiva e porque o custo seria muito elevado. Logo, é necessário efetuar uma redução da massa inicial, mantendo a representatividade do lote ao longo do processo de redução. Assim, esta redução de massa não pode ser feita de qualquer forma, devendo seguir regras que garantam que o resultado

obtido não apresente erros significativos, se aproximando o máximo possível do valor original do lote.

As análises de quaisquer materiais são realizadas para diversos fins, como, por exemplo, controlar processos de produção ou para garantir que os requisitos de qualidade especificados pelo consumidor sejam satisfeitos. No entanto, nenhuma análise é possível sem antes ter ocorrido a amostragem e a preparação da amostra. A preparação da amostra é necessária, pois o processo analítico exige a redução da amostra a uma minúscula parte, tanto em termos de massa quanto de granulometria. Como a análise é uma consequência do processo de amostragem e preparação da amostra, parece lógico que a análise não possui nenhum sentido se as etapas iniciais apresentarem erros considerados significativos. O conceito de erro será introduzido através de um exemplo (ver Figura 2.1).

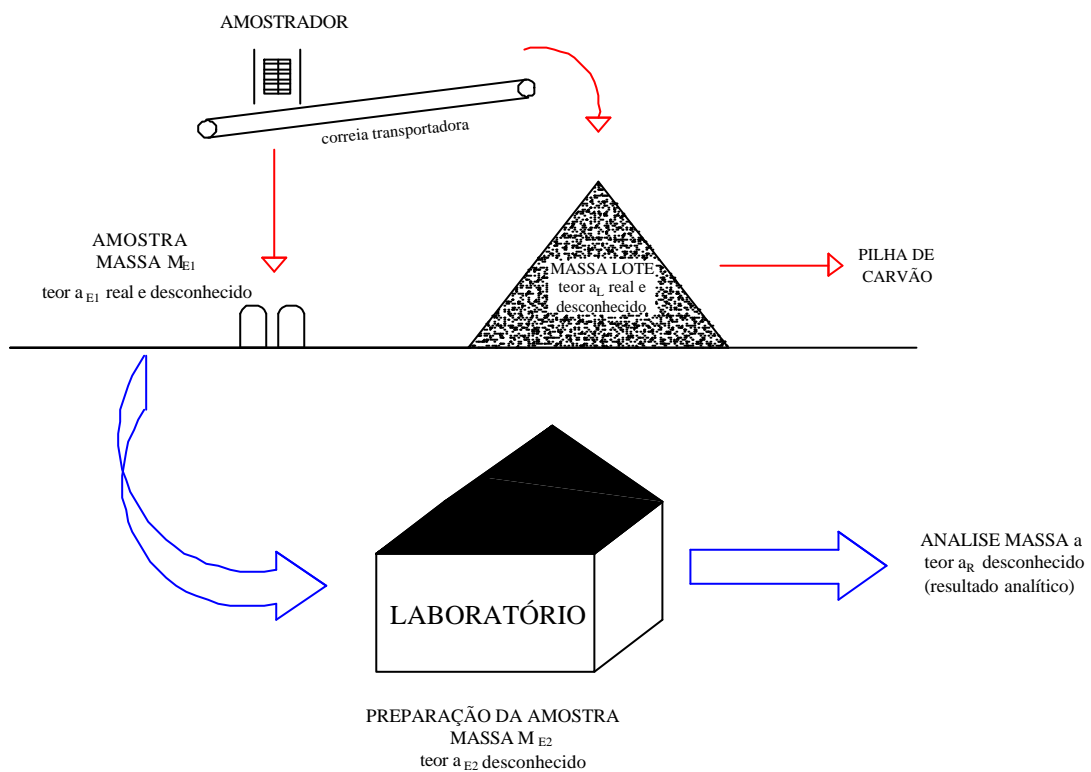


Figura 2.1 Fluxo da amostra em um processo produtivo.

Consideremos um processo produtivo composto por um transportador de correia que opera a uma velocidade constante, através do qual ocorre a passagem de um material particulado. Este material ao ser descarregado, forma uma pilha de material que no final de um determinado período

de tempo, ou ao atingir determinado peso, se transformará num lote. Este lote precisa ter a sua qualidade caracterizada, ou seja, uma ou mais das suas características de qualidade devem ser analisadas. Assim, inicialmente é necessário efetuar uma amostragem, seguida da preparação da amostra.

O lote produzido apresenta uma determinada massa  $M_L$  e para uma dada característica de qualidade, apresenta um teor  $a_L$ , real e desconhecido. Ao efetuarmos a retirada de uma amostra deste lote a mesma apresentará uma massa  $M_{E1}$  inferior a do lote e um teor  $a_{E1}$ , o qual também é desconhecido. A amostra coletada seguirá, então, para o laboratório, onde será efetuada a sua preparação. No laboratório, esta amostra será cominuída, homogeneizada e quarteada. A massa obtida  $M_{E2}$  será inferior a da amostra e terá um teor desconhecido  $a_{E2}$ . Finalmente, uma porção da amostra preparada  $M_{aR}$  será empregada para a execução da análise. O teor resultante da análise  $a_R$  será o valor conhecido. Simplificadamente assume-se que:

$$\text{Resultado Analítico } (a_R) = \text{estimativa } (a_{E2}) = \text{estimativa } (a_{E1}) = \text{estimativa } (a_L)$$

Não existe nenhum processo de controle de qualidade de materiais particulados livre de erro, como veremos mais adiante. Erro, então, pode ser entendido como a diferença entre o valor observado e o valor real. Cada etapa do processo amostral gera algum tipo de erro. Por isto, o teor  $a_R$  é considerado como sendo somente uma estimativa dos outros teores.

Como cada etapa possui algum tipo de erro, o Erro Global é o somatório de todos estes erros. No nosso exemplo, o Erro Global seria decomposto da seguinte forma:

$$? \text{ Erro Total para o 1}^\circ \text{ Estágio - Amostragem} = ET_1 = (a_{E1} - a_L) / a_L$$

$$? \text{ Erro Total para o 2}^\circ \text{ Estágio - Preparação} = ET_2 = (a_{E2} - a_{E1}) / a_{E1}$$

$$? \text{ Erro Total Analítico - Análise} = EA = (a_R - a_{E2}) / a_{E2}$$

$$? \text{ ESTIMATIVA ERRO GLOBAL} = (a_R - a_L) / a_L = ET_1 + ET_2 + EA$$

É importante frisar que os três componentes do somatório do Erro Global são regidos por leis de probabilidade diferentes. Isto quer dizer que os erros e variâncias de cada um dos componentes apresentam valores distintos. Usualmente, os erros de amostragem e suas variâncias são muito maiores que os erros analíticos. É aceito convencionalmente que a variância do Erro Global é devida em 80% à amostragem, 15 % à preparação da amostra e somente 5% à análise

(Laurila, 1997). O controle de qualidade pode ser correlacionado com uma corrente formada por elos, onde o elo mais fraco é o da amostragem.

Os erros gerados em cada etapa do processo de monitoramento da qualidade podem ser, basicamente de duas naturezas. Uma delas está relacionada com o erro sistemático. Este é o erro que faz com que o valor médio de uma série de resultados seja persistentemente mais elevado ou persistentemente mais baixo que os resultados obtidos através de um método de referência (ISO/DIS 13909-1). Os outros tipos de erros estão associados com a variabilidade da característica pesquisada do material amostrado.

Ambas as naturezas de erro devem ser consideradas quando do dimensionamento de um esquema de amostragem e de controle de qualidade. Deve ficar claro que o objetivo de um processo de controle de qualidade é a obtenção de resultados com o menor erro possível.

Neste e nos próximos capítulos será buscado:

- i. explicar e analisar os mecanismos de geração de erros;
- ii. mostrar como os erros de amostragem podem ser suprimidos ou minimizados;
- iii. descrever os requisitos necessários para que a amostragem seja correta, sem erros tendenciosos, reproduzível e representativa;
- iv. definir as características que um amostrador pode e deve ter para possibilitar a obtenção de amostras representativas.

### **2.3 Seleção de amostras**

Um processo de seleção de amostras, ou seja, a retirada de porções de massa de um lote, pode ser avaliado sob dois pontos de vista:

- i. com base nos resultados da seleção (qualidades “a posteriori”);
- ii. com base nas condições de seleção (qualidades “a priori”).

### 2.3.1 Qualidades “a posteriori”

O processo de seleção é um processo gerador de erros devido a natureza heterogênea dos materiais particulados. Sua avaliação “a posteriori” deve ser baseada nos erros de seleção”.

Segundo Gy (1979), o processo de seleção é dito ser:

- i. EXATO - quando o teor da amostra é estritamente igual ao teor do lote. Nunca isto é observado na prática, significando que:

$$a_L = a_E; m(E) = 0 \text{ e } s^2(E) = 0$$

onde :  $m(E)$  é a média do erro entre as determinações do mesmo lote e o teor real e  $s^2(E)$  é a variância apresentada pelas diferenças das determinações e o teor real;

- ii. ESTRITAMENTE ACURADO ou NÃO VICIADO - quando a média do erro de seleção é nula. Nunca é observado estruturalmente, significando que:

$$m(E) = 0 \text{ e } s^2(E) \neq 0$$

- iii. ACURADO - quando a média do erro de seleção é inferior a um valor máximo de erro aceitável pré-estabelecido. É um dos processos de seleção observados na prática, de forma que:

$$m(E) < m_o$$

onde :  $m_o$  é o valor máximo permitido para o erro sistemático;



- iv. ERRADO ou VICIADO - quando a média do erro de seleção é superior a um valor máximo de erro aceitável pré estabelecido, ou:

$$m(E) > m_0$$

- v. REPRODUTÍVEL OU PRECISO - quando a variância do erro de seleção é igual ou inferior ao valor de reprodutibilidade máximo aceitável pré estabelecido ( $s_0^2$ ),?

?

$$s^2(E) \leq s_0^2$$

- vi. REPRESENTATIVO - quando o quadrado da média do erro de seleção ( $r^2$ ) não é maior que o padrão de representatividade estabelecido ( $r_0^2$ ). Em termos práticos, a seleção é dita ser representativa quando ela é tanto acurada quanto reprodutível:

$$r^2 = (m(E))^2 + (s^2(E))^2$$

$$r_0^2 = m_0^2 + (s_0^2)^2$$

$$r^2 \leq r_0^2$$

Antes de continuarmos, deve ser explicado o que se entende por propriedade estrutural. Uma propriedade é dita ser estrutural quando ela resulta de um certo número de condições possíveis de serem controladas ou quantificadas, as quais se assume que estejam preenchidas. Como exemplos, podem ser citados: um protocolo de amostragem, as características de um equipamento de amostragem, o intervalo de amostragem selecionado para o controle de um processo, etc. Por outro lado, quando a propriedade não é estrutural, ela é circunstancial, ou seja, ela depende de certas condições que não são possíveis controlar. Por exemplo: a mudança no teor de umidade, a mudança na taxa de fluxo, a segregação induzida pelo formato do silo, uma análise de um mineral

apresentando erro de amostragem sistemático introduzido através de um procedimento de controle de qualidade fraco (Pitard, 1997).

A Tabela 2.1 ilustra os conceitos expostos. Este exemplo mostra os resultados de teores de cinzas de dez lotes de carvão mineral amostrados, preparados e analisados por dois laboratórios distintos.

*Tabela 2.1 Resumo dos teores analisados em dois laboratórios.*

Lote	Teor de cinzas (%)		Diferença A-B
	Laboratório A	Laboratório B	
1	27,7	30,2	-2,5
2	30,4	29,1	1,3
3	29,7	30,3	-0,6
4	29,8	26,1	3,7
5	30,3	29,8	0,5
6	30,3	28,4	1,9
7	31,3	31,8	-0,5
8	31,1	33,6	-2,5
9	30,8	30,8	0,0
10	26,8	26,0	0,8
Média	29,8	29,6	0,2
S			1,9
S <sup>2</sup>			3,6

Verifica-se que a média dos dez lotes encontrada pelo laboratório A foi de 29,8% de cinzas, enquanto que no laboratório B a média do teor de cinzas encontrada foi de 29,6%. A média absoluta entre as diferenças de cinzas entre os dois laboratórios foi de 0,2%. Isto quer dizer que a seleção não é estritamente acurada e que este valor de erro deve ser comparado a um valor de erro aceitável entre as partes. Assim se o erro máximo aceitável for superior a 0,2%, a seleção pode ser considerada como sendo acurada. Se o erro máximo aceitável for inferior a 0,2%, a seleção é considerada errada. Neste caso devem ser revistos os procedimentos de ambos os laboratórios, bem como, deve ser inspecionado o equipamento de amostragem.

Se, sobre as diferenças dos resultados encontrados pelos laboratórios (erros), for efetuado o cálculo da variância, verificaremos que a variância do erro é de 3,6%. Da mesma forma que a média dos erros, se o valor máximo aceito para a variância da diferença dos resultados for igual ou superior a 3,6%, o processo de seleção será considerado reprodutível. Em caso contrário, não poderemos considerá-lo como reprodutível. Assim, somente no caso dos valores encontrados serem considerados acurados e reprodutíveis, o processo de seleção será considerado representativo.

### 2.3.2 Qualidades “a priori”

Neste caso o processo de seleção é função da forma de como a amostra é tomada. O processo seletivo ou a amostra resultante é (Gy ,1979):

- i. NÃO PROBABILÍSTICO - quando existem partículas constituintes do lote com probabilidade *nula* de serem selecionadas para a formação da amostra;
- ii. PROBABILÍSTICO - quando todas as partículas possuem chances de serem selecionadas para participarem da amostra.

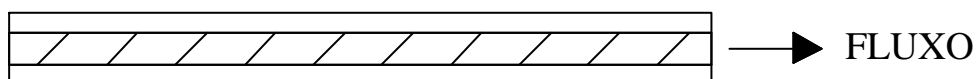
O processo de seleção probabilístico pode ser correto ou incorreto. Ele é *correto* quando todas as partículas do lote têm igual probabilidade de serem selecionadas e quando os incrementos tomados e a amostra não sofrem alterações de modo algum. Ele é considerado *incorreto* quando uma das condições acima não é satisfeita. Portanto, a seleção é dita ser *não correta* quando o processo não é probabilístico ou quando é probabilístico incorreto.

Como exemplos de amostragem não probabilística podemos citar as amostragens manuais (com pá) em pilhas, em vagões, em caminhões, em transportadores de correia em movimento, etc. Este tipo de seleção somente coleta as partículas que estão localizadas na superfície ou próximas a ela. Assim, é considerada como sendo verdadeira a hipótese de que a distribuição vertical dos elementos constituintes é homogênea. Esta hipótese, notadamente irreal, faz com que estes métodos de amostragem estejam sujeitos sempre a significativos erros sistemáticos. Embora os métodos de

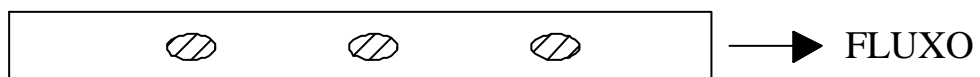
amostragem não probabilística sejam os mais baratos quando considerados no curto prazo e ainda sejam bastante utilizados, a amostragem manual não pode e não deve ser aceita, como veremos no Capítulo 5. Os métodos de amostragem que deveriam sempre ser empregados são os de natureza probabilística, pois são os únicos que permitem a obtenção de amostras representativas, desde que aplicados e executados de forma correta.

### 2.3.3 Amostragem de correntes em movimento (fluxo de material)

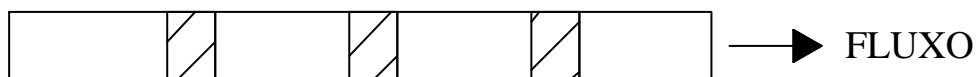
O método de seleção probabilística mais empregado é o de correntes em movimento (correias transportadoras), através do emprego de amostradores automáticos mecânicos localizados ao longo do transportador de correia ou na sua extremidade de descarga. Devemos mencionar que existem formas de amostragem em correias transportadoras em movimento, empregando amostradores mecânicos que não produzem amostras probabilísticas corretas. Isto é mostrado na Figura 2.2.



**MODELO 1** - Tomada de fração do fluxo por todo o tempo no centro.



**MODELO 2** - Tomada de fração do fluxo por fração do tempo no centro.



**MODELO 3** - Tomada de todo fluxo por fração de tempo em toda seção.

*Figura 2.2 Formas de amostragem de correntes em movimento.*

O modelo 1 mostra a tomada de uma fração do fluxo por todo o tempo de passagem do material pertencente ao lote. Esta amostragem é não probabilística, pois existem partículas do lote que não possuem chance alguma de serem amostradas.

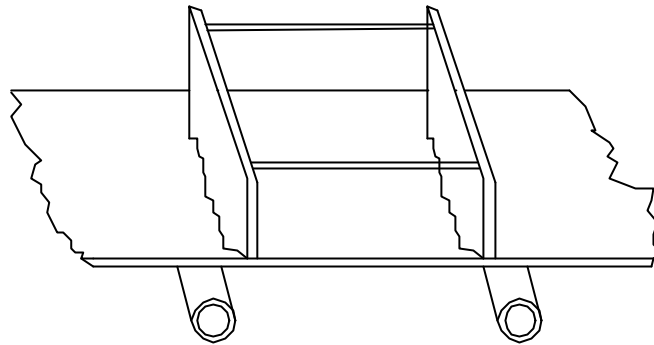
O modelo 2 mostra a tomada de somente uma fração de fluxo por fração de tempo. Esta amostragem é não-probabilística, pois neste caso também existem partículas que não possuem chance alguma de serem amostradas.

O modelo 3 apresenta a tomada de todo o fluxo por fração de tempo. Esta amostragem é considerada probabilística, pois todas as partículas têm chance de tomarem parte da amostra. Neste caso, deverá existir a preocupação para que o amostrador empregado produza uma amostra correta, i.e. a probabilidade da tomada das partículas seja igual para qualquer partícula constituinte do lote. Os amostradores empregados são de dois tipos: os que cortam o fluxo em linha reta, posicionados na descarga de correia transportadora ou os giratórios, posicionados em um ponto ao longo da correia.

#### **2.3.4 Amostragem de uma corrente parada**

Este tipo de amostragem é executado no transportador de correia parado periodicamente, sendo tomados incrementos de todo fluxo, através do emprego de um gabarito (Figura 2.3). Somente pode ser aplicado na amostragem de materiais sólidos. O gabarito é formado por duas placas de metal ou madeira, tendo a sua porção inferior a mesma conformação do transportador de correia e sendo mantidas paralelas através do uso de dois braços que as interligam (NBR 8291). Com o transportador de correia parado, as extremidades do gabarito são forçadas através do material até encostarem na correia. O incremento tomado é composto por todo o material existente entre as placas. Embora este processo de amostragem não seja empregado na prática, pois exige a interrupção da produção, ele é adotado pelos comitês de normatização como método de referência para testar a acuracidade dos amostradores industriais (teste do erro sistemático). No próximo

capítulo, será discutida a validade ou não em se efetuar este tipo de amostragem para a verificação da existência de erros sistemáticos.



*Figura 2.3 Gabarito para amostragem em correia transportadora.*

## **2.4 Erros de amostragem**

No campo do processamento mineral, os erros de amostragem foram extensivamente estudados pela teoria da amostragem dos materiais particulados (Gy, 1979). Esta teoria efetua uma detalhada análise das fontes dos erros de amostragem.

Como já foi mencionado anteriormente, os erros de amostragem apresentam duas naturezas: erros sistemáticos e erros devido a variabilidade do material. Os erros sistemáticos estão diretamente associados com a instalação de amostragem, com a operação e manutenção do amostrador automático e com a forma e cuidados adotados no processo de preparação de amostras. Os erros sistemáticos são divididos em: erros de materialização e erros de preparação de amostras.

Os erros decorrentes da variabilidade ou heterogeneidade do material são constituídos pelo erro de pesagem, pelo erro fundamental, pelo erro de grupamento e segregação, pelo erro de flutuação de qualidade de grande alcance e pelo erro de flutuação de qualidade periódico. A seguir efetuiremos uma descrição sucinta destes erros.

### 2.4.1 Erro de materialização

O erro de materialização é a soma dos erros de delimitação e extração dos incrementos:

$$EM = ED + EE$$

onde: *EM* é o Erro de Materialização;

*ED* é o Erro de Delimitação;

*EE* é o erro de Extração.

Os erros de materialização afetam a média do erro (acuracidade), assim como a variância do erro (reprodutibilidade). Os amostradores *não corretos* são os responsáveis por este tipo de erro. A única estratégia eficiente para a solução deste problema é a eliminação prévia destes erros através do dimensionamento, fabricação manutenção e utilização de amostradores que garantam a delimitação e extração de incrementos de forma correta.

Os erros de delimitação e de extração podem ser muito mais importantes e críticos do que os de integração. Os amostradores dimensionados e instalados corretamente não são mais caros do que os amostradores que não apresentam esta condição, portanto não há razão de que isto não seja feito (Gy, 1979).

Para compreendermos os erros de materialização, devemos, inicialmente, analisar o processo de amostragem de um incremento. Um exemplo típico é a amostragem de um fluxo de material na descarga do transportador de correia através do uso de um amostrador que corta o fluxo de material. O processo de amostragem pode ser dividido em cinco etapas elementares e independentes:

- i. seleção do ponto: todos os instantes de tempo, durante os quais o lote é manuseado através do transportador de correia, são submetidos a um certo esquema de seleção com uma certa densidade da probabilidade de seleção. Os pontos selecionados são chamados de “incrementos pontuais”;

- ii. incrementos estendidos: como a operação de coleta do incremento não ocorre instantaneamente, ou seja, a passagem do amostrador se dá durante um intervalo de tempo  $\Delta t$  do fluxo de material, os incrementos pontuais se transformam em incrementos estendidos;
- iii. delimitação do incremento: o amostrador movendo-se através do espaço delimita os limites geométricos ocupados pelos incrementos estendidos. Esta delimitação puramente geométrica não leva em consideração a integridade das partículas;
- iv. extração do incremento: os incrementos estendidos e delimitados são volumes. Agora deve ser levada em consideração a estrutura das partículas do material em processo de amostragem. Quando o amostrador corta o fluxo, ele extrai um certo número de partículas que deveriam possuir os seus centros de gravidade localizados dentro do espaço delimitado;
- v. reunião de incrementos: esta é a última etapa do processo de amostragem, onde todos os incrementos coletados são reunidos formando uma amostra.

### **2.4.2 Erro de delimitação**

A delimitação do incremento é dita ser correta se e somente se:

- i. todas as partículas da seção transversal do fluxo de material são interceptadas pelo amostrador durante o mesmo espaço de tempo, i. e., a velocidade do amostrador deve ser constante durante todo o seu percurso;
- ii. quando os lados do amostrador são paralelos no caso de amostradores de linha reta ou radiais no caso de amostradores giratórios.

Quando estas condições são preenchidas, o erro de delimitação é idêntico a zero.

#### **2.4.2.1 Amostragem de correntes de material em movimento – amostradores corretos e amostradores com problemas**



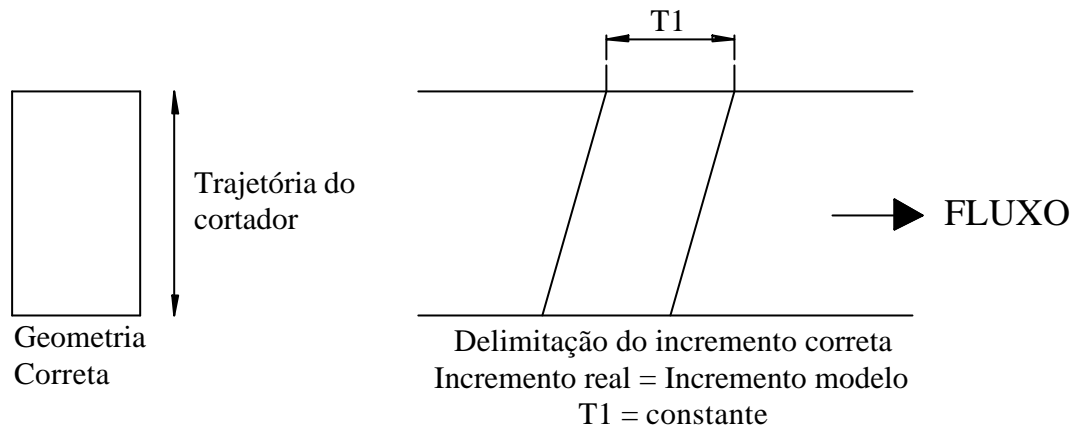
Na amostragem de correntes de material em movimento podemos distinguir três categorias de amostradores:

- i. amostradores em linha reta: sua geometria será correta se e somente se os lados do amostrador são paralelos;
- ii. amostradores giratórios ou circulares: sua geometria será correta se e somente se seus lados são radiais, isto é, interceptam o eixo de revolução do cortador;
- iii. outros tipos de amostradores: durante o seu movimento através do fluxo de material poucos amostradores mecânicos formam um caminho que não é nem uma linha reta nem um círculo. Um exemplo para este tipo de amostrador seria a amostragem manual.

Uma vez que a geometria correta de um amostrador depende do percurso que ele irá percorrer, pode ser facilmente mostrado que quando o seu percurso não é reto ou circular, não existe uma geometria que possa ser considerada correta.

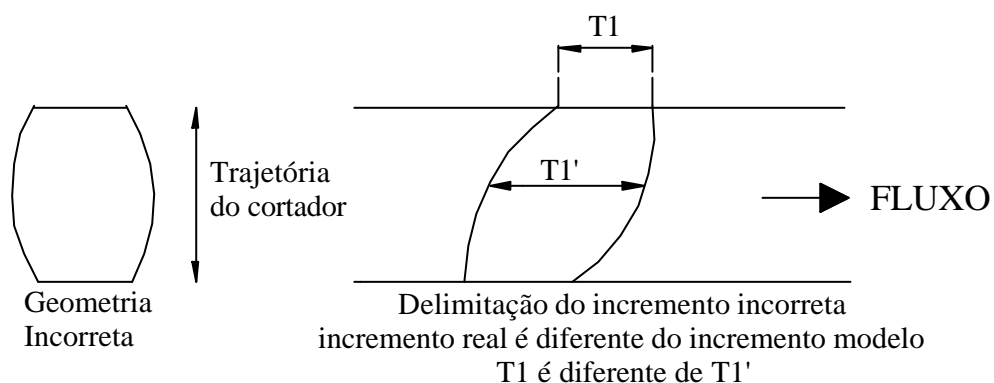
#### **2.4.2.2 Amostradores de linha reta**

A Figura 2.4 mostra um amostrador com abertura retangular. Se todas as condições de correção forem respeitadas, o formato do incremento delimitado através do fluxo será um paralelogramo. Quando a geometria é correta e a velocidade de corte do amostrador é constante, todas as partículas da seção transversal ao fluxo são interceptadas durante o mesmo intervalo de tempo, ou seja, a probabilidade de amostragem é uniforme para todas as partículas (Gy, 1979). A geometria é correta quando a largura ( $T_l$ ) é constante ao longo de todo o percurso do amostrador.



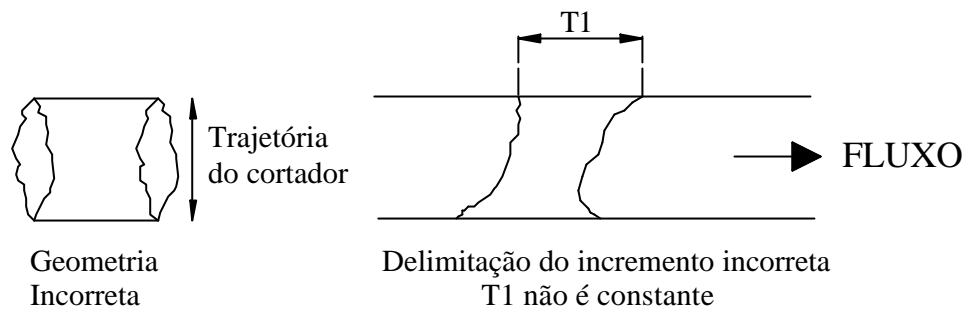
*Figura 2.4 Representação gráfica da delimitação correta da amostra em transportador de correia.*

Os desvios a esta regra se fazem presentes em vários casos. Um dos casos mais comuns está representado pela Figura 2.5. Ela mostra o que ocorreu com um amostrador originalmente correto, porém construído com material menos robusto que o necessário. Este amostrador, ao ser submetido ao impacto repetido de partículas grosseiras, teve as suas paredes alargadas na porção central (largura  $T_1'$ ). Assim, a delimitação do incremento tornou-se incorreta, ou seja, os lados do amostrador não mantiveram o paralelismo necessário para que todas as partículas tivessem a mesma probabilidade de serem coletadas. Isto está em desacordo com a teoria da amostragem probabilística. Uma solução para o problema seria adaptar os materiais empregados na construção do amostrador à tonelagem manuseada e criar uma sistemática para efetuar revisões periódicas.



*Figura 2.5 Exemplo de delimitação de amostra incorreta.*

Outro exemplo, mostrado na Figura 2.6, é de um amostrador originalmente correto, mas que, no decorrer de sua utilização, teve material aderido às suas paredes. Isto fez com que a delimitação do incremento se tornasse incorreta, a largura  $T_l$  não manteve o paralelismo necessário. A solução para o problema seria executar inspeções periódicas, seguidas de limpeza, quando necessário.



*Figura 2.6 Delimitação do incremento incorreta – material aderido nas paredes do amostrador.*

A Figura 2.7 mostra outro exemplo. Neste caso o amostrador é do tipo “flap”. Podemos considerar que este tipo de amostrador apresenta somente um lado. Ele corta incrementos trapezoidais, sempre retirando uma maior quantidade de amostra de um lado do fluxo. Devido a sua concepção errada, as amostras que provem deste equipamento sempre são incorretas, portanto deve ter seu uso evitado.

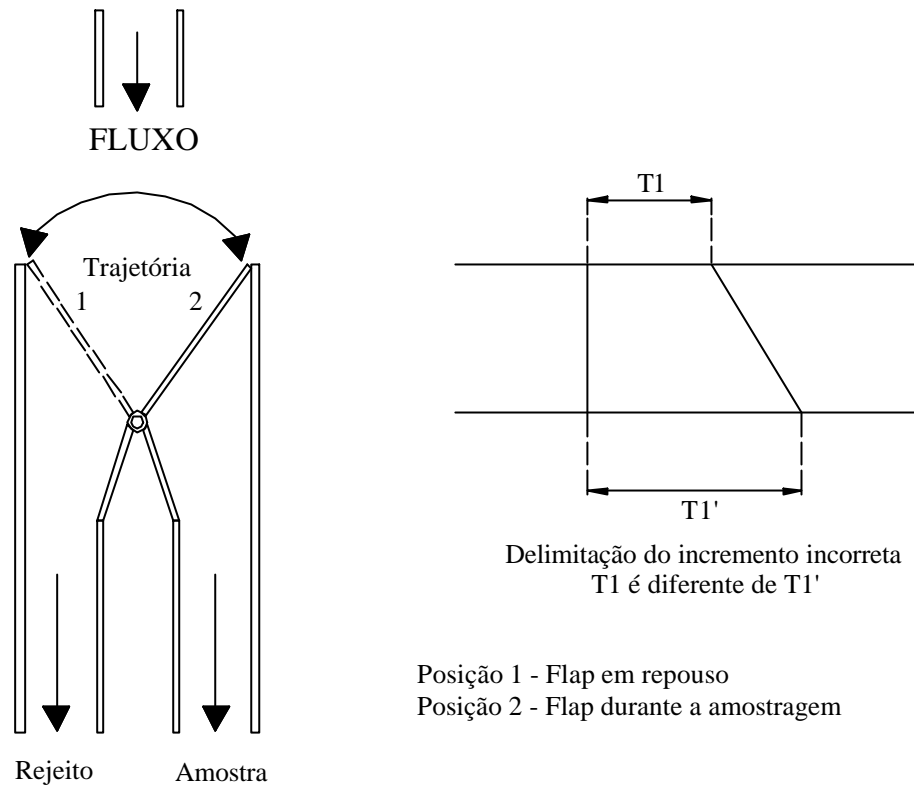


Figura 2.7 Amostrador do tipo “flap” – sempre incorreto.

### 2.4.2.3 Amostradores giratórios

Neste tipo de amostrador a delimitação correta do incremento é obtida somente se os lados do amostrador convergem para o eixo de rotação, visto que a velocidade de rotação é maior na extremidade do amostrador diminuindo em direção ao eixo de rotação. Com isto as distâncias de coleta de amostras percorridas devem ser diferentes e proporcionais à velocidade de rotação. A Figura 2.8 ilustra isto.

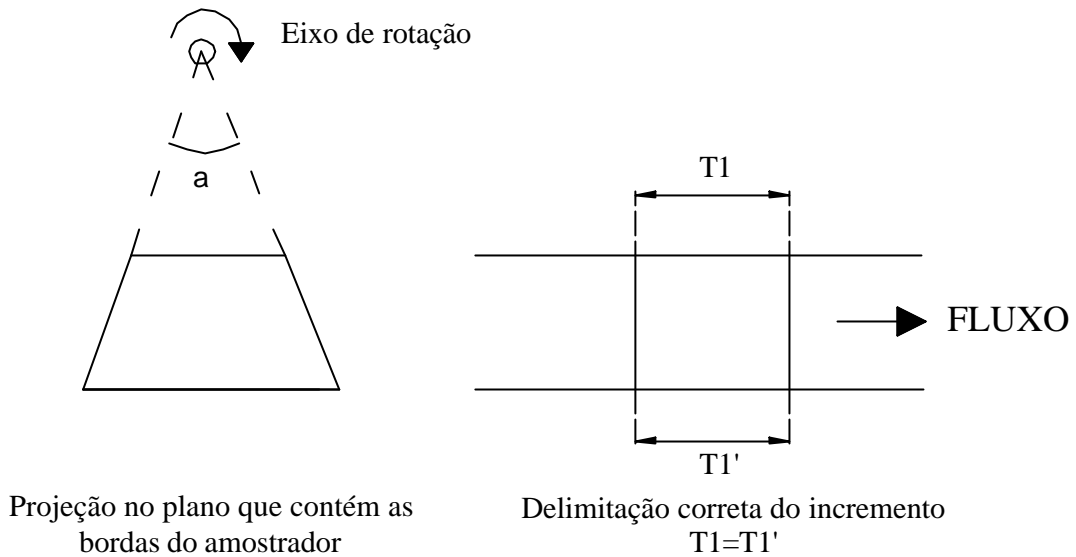
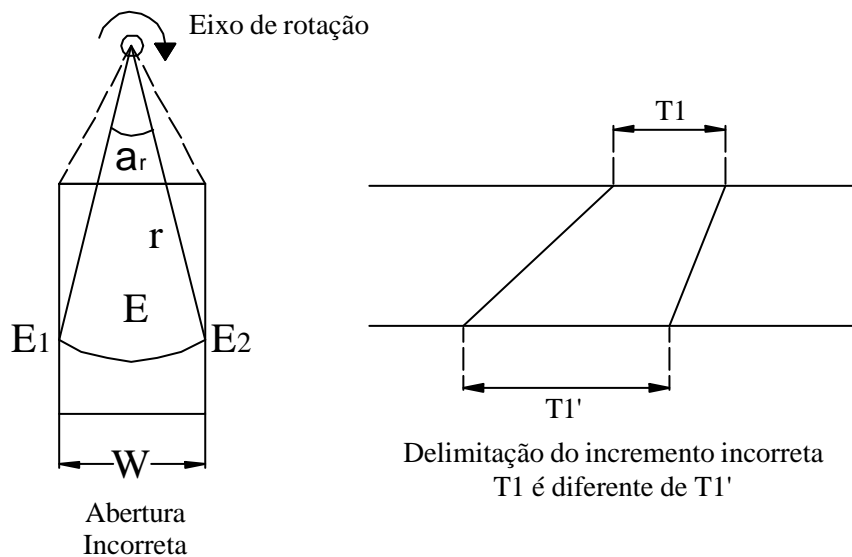


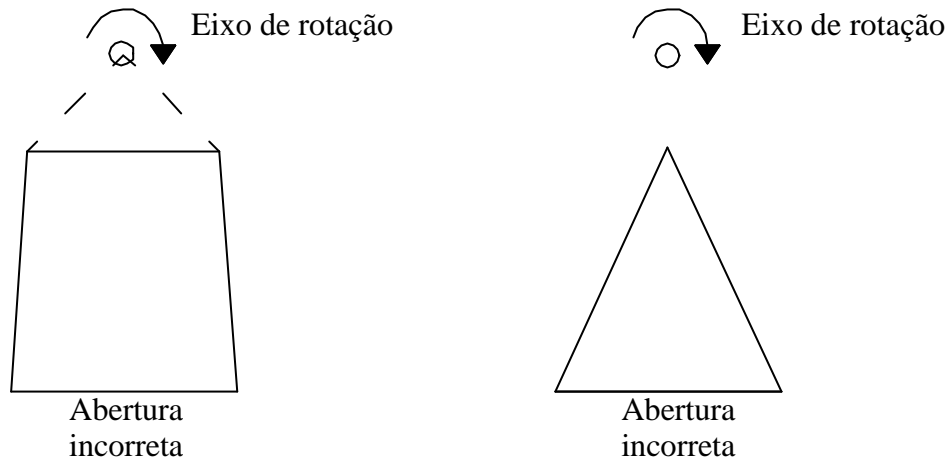
Figura 2.8 Amostrador giratório – geometria correta.

O desvio mais comum encontrado neste tipo de amostrador é a existência da abertura retangular. Este tipo de abertura é um padrão de correção nos amostradores de linha reta, porém isto não vale para os amostradores giratórios. Deve ser observado que a relação de amostragem de uma dada partícula do fluxo a uma certa distância “ $r$ ” do eixo de rotação do amostrador é proporcional ao ângulo  $\theta_r$  da abertura do amostrador (Figura 2.9). Neste caso, se  $W$  representa a largura da abertura retangular, então a relação de amostragem e a probabilidade de amostragem são proporcionais ao *arco seno*  $W/2r$  e a probabilidade de amostragem não é uniforme através do corte transversal do fluxo de material. Desta forma, a porção de material coletada, contida fora do arco delimitado por E-E1-E2, não deveria pertencer a amostra.



*Figura 2.9 Amostrador giratório – abertura retangular incorreta.*

A Figura 2.10 mostra outro exemplo de delimitação incorreta do incremento.



*Figura 2.10 Amostradores giratórios – outras aberturas incorretas.*

#### **2.4.2.4 Condições da amostragem correta envolvendo a velocidade de corte do amostrador**

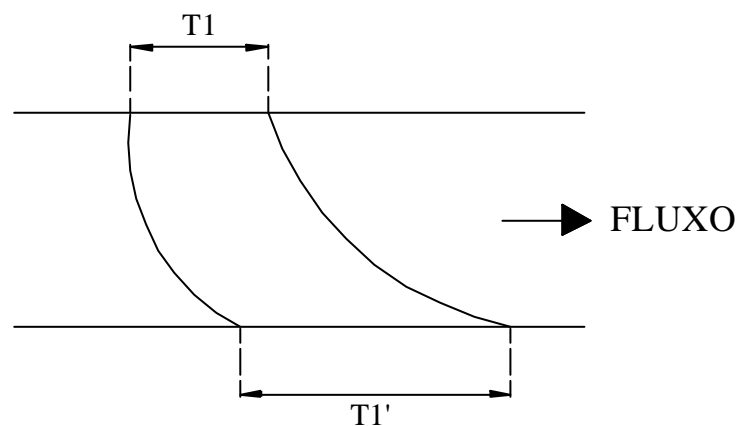
As condições envolvendo a velocidade de corte do amostrador necessárias para a obtenção da amostragem correta, como já foi mencionado, estão descritas abaixo:

- i. a velocidade do amostrador deve permanecer constante durante todo o trajeto através de fluxo de material;
- ii. a velocidade do amostrador deve permanecer uniforme de um corte para outro. O sistema de acionamento de um amostrador é responsável pela obtenção de seu movimento. Existem vários tipos de acionamento, tais como: elétrico, hidráulico, pneumático, magnético e manual. O acionamento elétrico é o único tipo de sistema que pode ser considerado confiável para a obtenção da velocidade constante. Ele é composto por um motor elétrico, usualmente acoplado a um redutor. Além da existência de um sistema de acionamento que garanta a obtenção da velocidade

uniforme, outros cuidados devem ser tomados para que a delimitação do incremento seja obtida, como por exemplo;

- iii. os finais-de-curso do amostrador devem estar posicionados numa distância suficiente o bastante para permitir que o amostrador alcance a velocidade projetada de translação antes de iniciar o corte de material. A Figura 2.11 indica a delimitação do incremento obtida por um amostrador geometricamente correto, porém em estágio de aceleração quando inicia o corte do fluxo. Como a velocidade do amostrador não é constante, a delimitação da amostra é incorreta, provocando a geração de erro sistemático. Assumindo que a condição anterior esteja resolvida, deve ser evitado que o amostrador seja travado na medida em que penetra o fluxo. Isto pode ocorrer quando o motor responsável pelo acionamento possuir uma potência aquém do necessário;
- iv. os redutores devem ser construídos tendo o cuidado para evitar o movimento do amostrador aos trancos.

Os amostradores acionados através de sistemas hidráulicos, pneumáticos, magnéticos ou manuais não conseguem garantir a condição da velocidade constante, e, portanto, deveriam ser evitados.



Delimitação do incremento incorreta  
 $T1$  é diferente de  $T1'$

*Figura 2.11 Delimitação incorreta do incremento – velocidade de corte não é constante.*

### 2.4.2.5 Condições da amostragem correta envolvendo o lay-out da instalação

O esquema correto para amostradores de percurso reto pode ser visto na Figura 2.12. Os retângulos  $A_1B_1C_1D_1$  e  $A_2B_2C_2D_2$  representam o amostrador posicionado nas posições de repouso. As linhas pontilhadas definem os limites da superfície gerada pela passagem do amostrador. A seção transversal do fluxo está bem delimitada e se localiza no centro do retângulo  $A_2B_1C_2D_1$ , longe o bastante dos lados  $B_1D_1$  e  $A_2C_2$ .

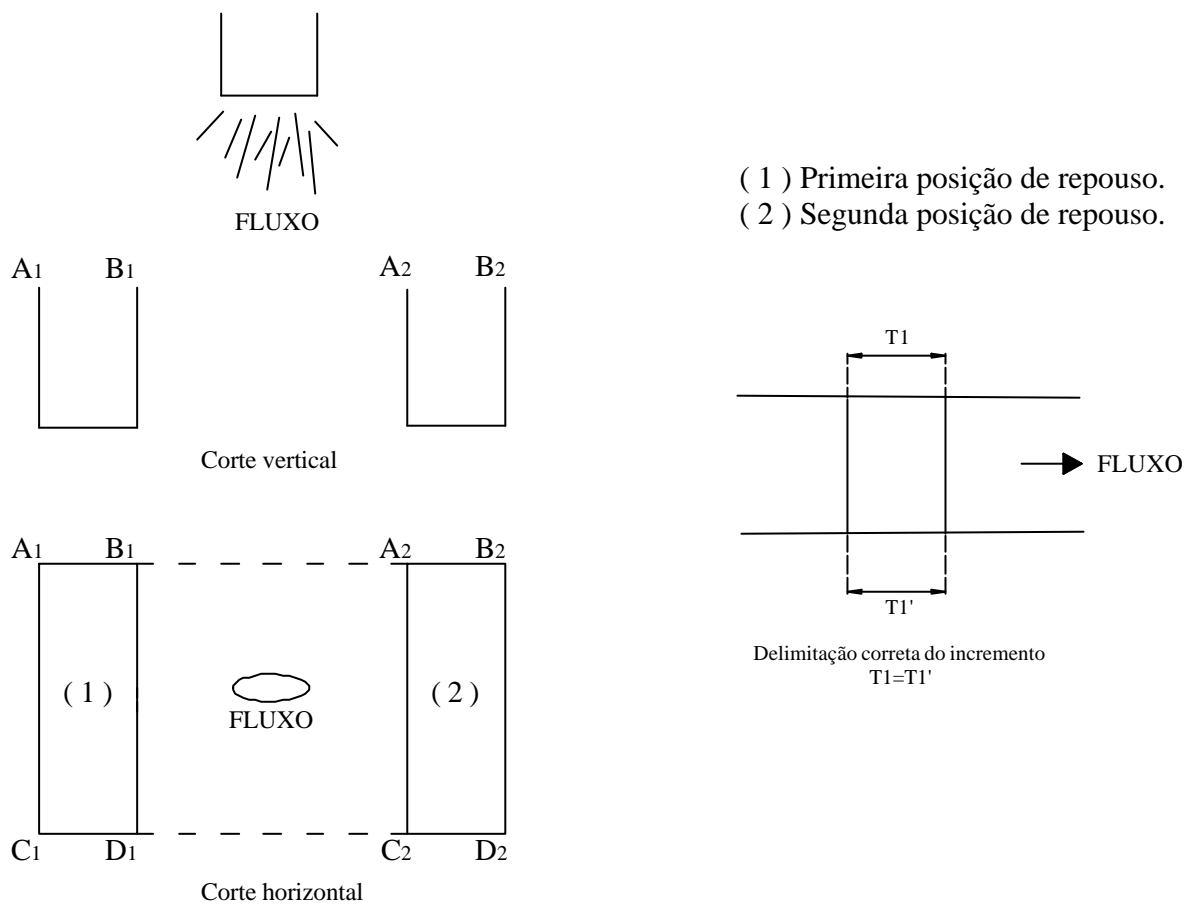


Figura 2.12 Esquema correto de translação e repouso de um amostrador.

Exemplos de esquemas incorretos podem ser vistos nas Figuras 2.13, 2.14 e 2.15. A Figura 2.13 mostra uma porção do fluxo que não é coletada pelo amostrador (área hachurada).



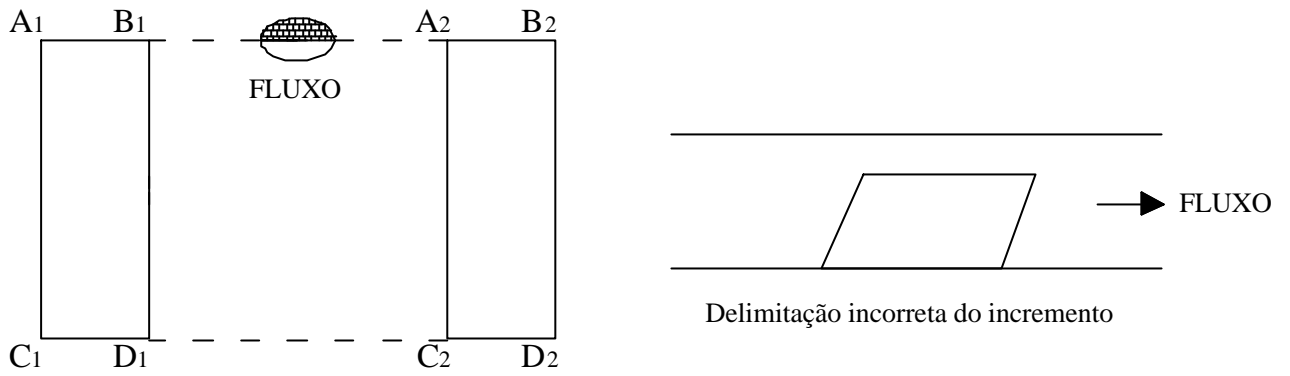


Figura 2.13 Esquema incorreto – parte da corrente não é cortada pelo amostrador.

A Figura 2.14 mostra que parte do fluxo é coletada com o amostrador na posição de repouso.

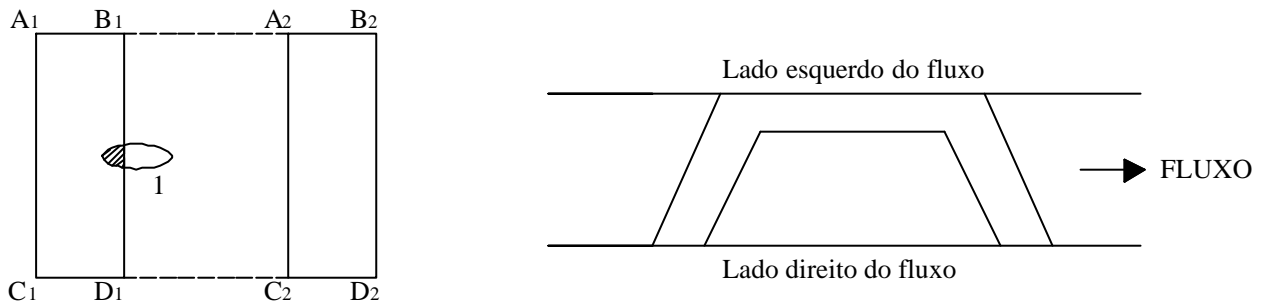


Figura 2.14 Esquema incorreto – parte do fluxo coletada com amostrador na posição de repouso.

A Figura 2.15 é uma particularidade do exemplo anterior e mostra um amostrador recíproco sem uma das posições de repouso. O amostrador reverte o seu movimento sem estar totalmente fora do fluxo de material.

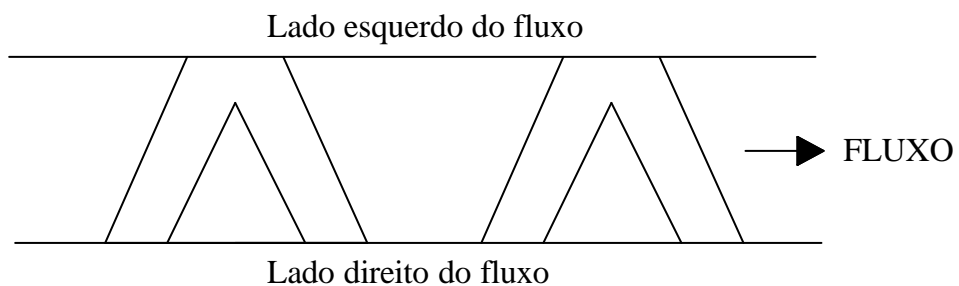


Figura 2.15 Esquema incorreto – amostrador recíproco sem uma das posições de repouso.

Finalmente, é importante salientar que os amostradores que apresentam uma delimitação correta não são mais caros que os amostradores que não a apresentam. Apesar disso, continuam sendo comercializados amostradores que apresentam algum ou alguns dos problemas ilustrados acima. A única resposta para isto parece ser a ignorância do assunto, tanto de parte de quem fabrica quanto de quem adquire tais equipamentos.

### 2.4.3 Erro de extração dos incrementos

Outro tipo de erro de amostragem que pode e deve ser evitado é o erro de extração do incremento do fluxo de material. A extração do incremento é considerada correta somente se a regra do centro de gravidade for respeitada. A delimitação do incremento vista na seção anterior, define somente os volumes dos incrementos. Como os incrementos são constituídos de partículas discretas, deve ser estabelecida uma relação lógica entre estes e os incrementos estendidos da delimitação correta. Isto é obtido pela regra do centro de gravidade. Para explicar esta regra vamos fazer uso da Figura 2.16, que mostra a extração real de um incremento delimitado corretamente.

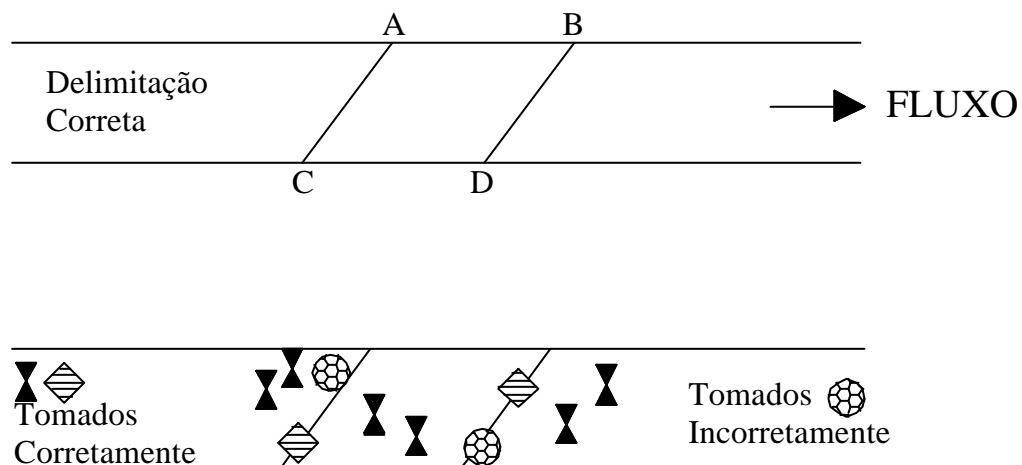


Figura 2.16 Partículas tomadas de forma correta e incorreta de acordo com seu centro de gravidade.

Todas as partículas, cujos centros de gravidade (CG) caem dentro do paralelogramo ABCD pertencem corretamente ao incremento  $I'$ . Por sua vez, as partículas cujos CG caem fora de ABCD pertencem ao estoque. A regra do CG toma forma com as partículas que ao caírem verticalmente, entram em colisão com as bordas do amostrador e saltam para o lado que contém o seu CG. Assim, cada partícula pode ser considerada como se tivesse sido condensada no ponto do seu CG.

O erro de extração ocorre quando a partícula após colidir com o lado BD do paralelogramo, colide com o lado AC e salta para o estoque, ao invés de saltar e cair no interior do paralelogramo para fazer parte do incremento. Este problema ocorre se a velocidade do amostrador for alta demais e/ou se a largura do amostrador ( $W$ ) for pequena demais.

Considera-se que a largura crítica do amostrador ( $W_c$ ) é proporcional ao tamanho da maior partícula ( $d$ ). Esta proporcionalidade varia dependendo do autor, norma técnica ou fabricante de amostradores entre os valores dois e quatro. O valor três tem sido aceito pela maioria, ou seja,  $W \geq 3d$ . Este valor foi determinado através de experimentos realizados por Gy e Marin (1978). Os testes foram executados com proporcionalidade de 2 a  $2.5d$  e sempre apresentaram a existência de erros sistemáticos, enquanto que os testes realizados com amostradores de largura  $W$  igual ou maior que  $3d$  nunca mostraram qualquer erro sistemático.

No caso de polpas contendo minerais finamente moídos ou no caso de materiais finos de tamanho inferior a 3mm, a relação  $W \geq 3d$  não é válida. Nestas situações, também de acordo com vários estudos realizados por Gy (1979), foi verificado que a largura deveria ser maior ou igual a 10mm. Os ensaios de determinação da velocidade crítica ( $V_o$ ) do amostrador de linha reta mostraram que o valor encontrado é inferior à velocidade empregada por boa parte dos fabricantes de amostradores.

Foi determinada uma relação entre a velocidade crítica ( $V_o$ ), a largura do amostrador e a largura crítica  $W_c$  (função do tamanho da maior partícula).

$$V_o = 0.3 (1 + n)$$

onde  $n = W / W_c$ , levando a:

$$n = 1 ? \quad V_o = 0,6 \text{ m/s}$$

$$n = 2 ? \quad V_o = 0,9 \text{ m/s}$$

$$n = 3 ? \quad V_o = 1,2 \text{ m/s}$$

Uma amostra apresentando erros tendenciosos a partir do uso de equipamentos incorretos é uma situação bastante ruim, igual ou até pior que a situação em que nenhuma amostra é coletada (Gy, 1979). Uma amostra deve ser coletada corretamente. Para tal, as regras e cuidados citados devem ser respeitados. Por outro lado, dentre as várias possibilidades de obtenção de amostras corretas, a melhor é, sem dúvida, aquela que apresenta o menor custo. Se o amostrador é correto, não existe vantagem nenhuma em aumentar a sua largura ou diminuir a sua velocidade. Nestes casos, somente existe a desvantagem de coletarmos amostras mais pesadas que o necessário.

A amostra mais econômica é a amostra de menor peso colhida corretamente. Como o número de incrementos que constitui uma amostra depende de outras variáveis e considerações, o único modo de minimizar a massa de uma amostra é reduzir o peso de seus incrementos. O peso do incremento é proporcional a  $W / W_c$  e é mínimo quando  $W = W_c$  e quando  $V_o = 0.6\text{m/s}$ . Assim, as características críticas do amostrador são também as características ótimas ou de menor custo.

## 2.5 Erro de preparação de amostras

A preparação da amostra é a etapa do controle de qualidade que envolve todas as operações que seguem a extração do incremento e que antecedem a análise. Estas operações compreendem: homogeneização, divisão, redução de tamanho (britagem e moagem), secagem, peneiramento, transferência da amostra, etc.

Com exceção da divisão, todas as outras operações são não-seletivas, porém todas são potencialmente geradoras de erro e podem adulterar o teor do lote que está sendo pesquisado. Usualmente, estes erros resultam da ignorância, negligência, falta de cuidado, de erros não intencionais ou de fraude deliberada.

Os erros de preparação caem nas seguintes categorias:

i. erros de contaminação da amostra:

- ? por poeira: ocorrem quando são manuseados materiais contendo partículas finas secas em ambientes abertos. Para evitar isto a solução é tripla: deve-se prevenir a formação de nuvens de poeira através da redução da altura de quedas livres, deve-se enclausurar as fontes inevitáveis de poeiras e deve-se proteger o circuito de amostragem;
- ? por material estranho ao incremento tomado, presente no circuito de amostragem e nos equipamentos de laboratório - todo o equipamento do circuito de amostragem deve ser limpo cuidadosamente, assim como os equipamentos existentes no laboratório. Um sistema de amostragem manuseando o mesmo tipo de material rotineiramente não necessita de uma limpeza diária. A situação é diferente em um laboratório recebendo materiais com teores bastante diferentes, tais como: a alimentação, os produtos e os rejeitos de uma planta de beneficiamento. Neste caso, deve-se procurar usar equipamentos distintos (britadores, moinhos, divisores, etc.) para cada tipo de produto;
- ? contaminação por abrasão: a britagem, a moagem e, em menor extensão, todas as operações realizadas com materiais abrasivos introduzem partículas na amostra oriundas do desgaste dos equipamentos. Este problema torna-se mais sério quando o ferro e as ligas metálicas são impurezas passíveis de penalização. A solução é a utilização de equipamentos construídos com materiais anti-abrasivos ou materiais não-críticos;
- ? contaminação por corrosão: ocorre quando são manuseados materiais agressivos, tais como: materiais úmidos sulfetados, polpas de flotação ácidas, polpas de soluções hidrometalúrgicas, minerais muito corrosivos ( sais de potássio).

ii. erros resultantes de perdas de amostra:

Nos circuitos de amostragem e nos laboratórios, principalmente na vizinhança de equipamentos de amostragem e divisão de amostras, os sistemas de coleta de poeira devem ser empregados com grande prudência e moderação, pois se a depressão causada for muito elevada, as perdas de amostra também o serão, causando:

- ? perda de material pertencente ao circuito de amostragem e preparação: depois de cada operação de amostragem e preparação, o circuito deve ser cuidadosamente limpo e o material que estava aderido deve ser recuperado e adicionado à amostra;
- ? perdas de frações da amostra: ocorre , por exemplo, quando a amostra é pulverizada abaixo de malha 60 Tyler em circuito fechado. Como este processo deve ser repetido várias vezes até a passagem de toda a massa de amostra através desta malha, um operador impaciente ou descuidado pode ser tentado em parar o processo na metade e jogar fora a fração retida.

iii. Erros resultantes da alteração química da amostra:

Estes erros são consequência da adulteração da composição química dos componentes mineralógicos da amostra. Como exemplos de tais erros, temos:

- ? oxidação de sulfetos: a pirrotita, marcassita, pirita, calcopirita, etc., podem ser muito reativos, principalmente quando estiverem úmidos e finamente divididos. A oxidação de um sulfeto é uma reação exotérmica e é acelerada quando ocorre elevação de temperatura;
- ? absorção de água ou CO<sub>2</sub> por óxidos ou minerais calcinados: para prevenir erros de absorção, a secagem deve ser sempre realizada em uma estufa a 105°C – 110°C. Em locais muito úmidos ou nos trópicos, as amostras de certos minerais tendem a capturar umidade tão logo saiam da estufa. As amostras devem ser sempre armazenadas em um dessecador até a operação seguinte ser executada;
- ? eliminação de água combinada ou de dióxido de carbono por sobre-aquecimento.

iv. Erros resultantes da alteração da composição física da amostra:

Este tipo de erro pode ocorrer quando o objetivo da amostragem é de obter a caracterização da granulometria ou do teor de umidade do lote. Devem ser tomados cuidados para que as amostras não fiquem expostas no sol ou na chuva. No caso da análise granulométrica, deve ser evitado ao máximo que as partículas da amostra sofram quebras.

v. Erros resultantes de falhas humanas não intencionais:

Estes erros são consequência da ignorância, falta de cuidado, inexperiência, etc. Como exemplos destes erros podemos citar: queda de amostras, misturas de sub-amostras diferentes, troca de rótulos, perdas de frações de amostra, etc.

vi. Erros resultantes de fraude ou sabotagem:

Estes tipos de ações ocorrem na amostragem comercial. A fraude e a sabotagem podem ser praticamente suprimidas através da eliminação sistemática das operações manuais. As instalações de amostragem modernas trabalham de modo contínuo e automático, o que faz com que as intervenções humanas sejam mínimas e passíveis de serem acompanhadas pelas partes interessadas. A solução para o problema existe. Ela é normalmente mais barata do que o prejuízo gerado pela fraude.

A fim de evitar todos os erros citados até o momento, a amostragem e a preparação de amostras devem ser executadas por pessoas treinadas, postas sob a supervisão e responsabilidade do departamento de controle de qualidade e não do departamento de produção. Não é lógico ver pessoas especializadas efetuando análises complexas, operando equipamentos caríssimos e empregando amostras que foram coletadas, manuseadas e preparadas por pessoal não qualificado, gerando uma série de erros e sem conhecimento e cuidado de como minimizá-los ou evitá-los. A amostragem e a preparação de amostras estão, na gama de operações que conduzem à estimativa de qualidade, exatamente no mesmo nível de importância que a análise química e, assim, requerem os mesmos cuidados.

## **2.6 Erros de amostragem associados a variabilidade do material amostrado**

Até o momento vimos que a amostragem, para ser correta, deve apresentar caráter probabilístico, onde toda e qualquer partícula pertencente ao lote deve possuir a mesma chance de pertencer a amostra. Vários autores (Plowman, 1985; Holmes, 1991 e Gy, 1998) consideram isto como a mais importante da amostragem. Vimos também que a forma mais indicada para a tomada

de amostras é na descarga ou ao longo de transportadores de correia, através do emprego de amostradores que cortam em linha reta ou de amostradores giratórios. Foram abordados vários problemas que estes amostradores podem ter, sendo apresentadas soluções para os mesmos. Ficou claro que os erros de delimitação, extração podem ser eliminados. No entanto, existe outra fonte de erros de amostragem: a heterogeneidade entre as partículas que compõem o lote.

Um grupo de partículas é considerado heterogêneo quando as partículas não são estritamente idênticas. A heterogeneidade é o único estado que uma série ou grupo de partículas é observado na prática. Como consequência disto, considerando as leis de probabilidade, pode-se imaginar a amostragem de materiais particulados como uma operação que, inevitavelmente, gera erros. Pode-se afirmar que qualquer tipo de erro de amostragem é fruto da existência da heterogeneidade entre as partículas que compõem o lote. A diferença entre homogeneidade e heterogeneidade não é, propriamente qualitativa, mas sim quantitativa (Gy, 1998). A homogeneidade é um estado inatingível na prática, ocorre quando a heterogeneidade é nula.

No próximo capítulo serão apresentados e demonstrados os erros de amostragem relacionados com a heterogeneidade das partículas. Cabe ressaltar que o dimensionamento de um sistema de amostragem deve sempre ter por objetivo a eliminação dos erros possíveis de serem eliminados e a minimização dos erros que não são possíveis eliminar, a fim de obter a precisão e a acuracidade requeridas dentro de um custo aceitável.



## Capítulo 3

# Teoria da amostragem – abordagem quantitativa

Este capítulo prossegue a apresentação, iniciada no capítulo 2, dos conceitos e problemas da teoria da amostragem cuja compreensão é fundamental para a definição do protocolo de amostragem. A abordagem deste capítulo é quantitativa, sendo apresentados os fatores e as formas de cálculo dos erros de amostragem e preparação de amostras que influenciam na precisão da amostragem.

Este capítulo está dividido nas seguintes seções:

- 3.1 Classificação dos lotes;
- 3.2 Heterogeneidade dos lotes;
- 3.3 Heterogeneidade de materiais particulados;
- 3.4 Erro fundamental;
- 3.5 Erro de segregação e grupamento;
- 3.6 Erro de integração;
- 3.7 Variograma e autocorrelação.

### 3.1 Classificação dos lotes

O lote pode ser definido como sendo uma quantidade definida de material que sofrerá uma caracterização qualitativa (ISO/DIS 13909-1). Todos os objetos ocupam o espaço cartesiano de três dimensões. Porém existem objetos ou situações em que duas ou uma das dimensões se destaca mais do que as outras. Quando isto acontece, podemos considerar o objeto como sendo bidimensional ou unidimensional. Ainda existe a ocorrência de outra situação denominada de zero-dimensional.

A classificação dos lotes é realizada através do emprego de três critérios:

- i. número de dimensões necessário para representar o lote pelo modelo mais simples;
- ii. continuidade ou descontinuidade do modo selecionado;
- iii. ordem e desordem dos constituintes do lote.

### **3.1.1 Lotes tridimensionais**

Estes lotes referem-se às massas de material pesadas demais para serem transferidas, sendo considerada para tal somente a intenção de sua amostragem. A amostragem de um objeto tridimensional não pode ser reduzida para um número menor de dimensões. Como exemplos podem ser citados: os depósitos minerais; as pilhas de estéril da mineração, etc. Para resolver alguns destes casos, Matheron (1965) criou e desenvolveu a ciência da geostatística.

### **3.1.2 Lotes bidimensionais**

Por razões puramente práticas, objetos tridimensionais são amostrados como se apresentassem somente duas dimensões. Neste caso, a espessura do lote pode ser considerada desprezível somente quando o lote pode ser perfurado de modo probabilístico ao longo de toda a sua espessura. Isto pode ser exemplificado pelas pilhas alongadas de partículas sólidas, cuja espessura é uniforme.

### **3.1.3 Lotes unidimensionais**

Este tipo de lote se refere a objetos lineares no tempo ou no espaço. No espaço, pode ser aplicado a objetos naturais como rios ou objetos manufaturados como fios de cobre. No tempo, o objeto passa a ser aplicado a correntes de material em movimento, tais como: minérios dispostos em transportadores de correia. O lote unidimensional tem as suas

espessura e largura desprezíveis somente quando pode ser cruzado inteiramente e de forma probabilística por um instrumento de amostragem.

O lote unidimensional, ao ser amostrado, deve ser tratado como uma série de unidades cronológicas ou geométricas. A ordem dos incrementos tomados possui uma importância muito grande, devido ao grau de correlação possivelmente existente entre os mesmos.

### 3.1.4 Lotes zero-dimensionais

Este tipo de lote pode ser convenionado como sendo uma população constituída por uma série de unidades de mesma natureza, as quais são colocadas juntas indiferentemente a qualquer ordem que poderá ou não estar presente. Esta convenção não é arbitrária: um objeto unidimensional pode ser ligado a um vetor, enquanto que um objeto zero-dimensional está ligado a um escalar. Ainda neste capítulo, veremos que o objeto unidimensional será caracterizado através de uma função chamada variograma, enquanto que o objeto zero-dimensional será caracterizado pela variância.

Um lote é qualificado como zero-dimensional somente quando ele pode ser tomado de modo inteiro para a finalidade única da amostragem. A maioria das amostras de laboratório são lotes zero-dimensionais. Outros exemplos são os conteúdos de caminhões, vagões, sacos de material. Não existe nenhuma preocupação com a existência ou não de algum tipo de ordem (espacial ou temporal) entre as unidades componentes do lote.

Os modelos de heterogeneidade unidimensional e zero-dimensional serão desenvolvidos nas próximas seções deste capítulo. Os dois modelos não se opõem nem se contradizem. Eles são complementares. O modelo zero-dimensional caracteriza a observação em pequena escala de todos os objetos. Se estamos interessados na heterogeneidade existente entre as partículas, devemos considerar o lote como uma série discreta e descontínua. Usualmente, para estudar e verificar a variabilidade *irrelevante* (inexistência de ciclos ou tendências), o lote deve ser observado numa escala pequena e deverá ser considerado como uma população estatística. Neste caso, a ordem dos constituintes é irrelevante. Por outro lado, o modelo unidimensional de heterogeneidade caracteriza as propriedades observadas em grande escala, o lote deve ser considerado como uma série contínua. A variabilidade, neste caso, é considerada *relevante* (existência de

tendências e ciclos) e é estudada através de observações efetuadas em grande escala. O lote é considerado como uma série temporal ou espacial. Neste caso, como vimos, a ordem dos constituintes é altamente relevante.

Os modelos válidos somente para populações estatísticas são aplicados freqüente e cegamente para as séries espaciais ou temporais. Todas as populações encontradas na prática amostral são híbridas, ou seja, são parcialmente aleatórias e parcialmente ordenadas. Podemos definir uma população estatística como sendo o zero de uma população ordenada. É um caso limite.

### **3.2 Heterogeneidade dos lotes**

Nesta seção são mostradas as heterogeneidades encontradas nos vários tipos de lotes classificados segundo a sua dimensão.

#### **3.2.1 Heterogeneidades de um lote zero-dimensional**

Como já foi visto, o lote zero-dimensional é considerado como uma população estatística, onde dois tipos de heterogeneidades podem ser identificados:

- a heterogeneidade de constituição (*HC*). Esta heterogeneidade é responsável pela ocorrência do Erro Fundamental (*EF*).
- a heterogeneidade de distribuição (*HD*). É responsável pelo Erro de Segregação e Grupamento (*ESG*).

#### **3.2.2 Heterogeneidades de um lote unidimensional**

As atividades industriais são caracterizadas pela necessidade constante de transportar materiais, o que provoca o aparecimento de pilhas alongadas em pátios de

estocagem; materiais em movimento sobre correias transportadoras, correntes de polpa de processo, etc. Neste caso existem três tipos de heterogeneidade:

- a heterogeneidade  $h_1$ . É responsável pelos erros de pequena escala ( $EC_1$ ). Confunde-se com os erros zero-dimensionais.
- a heterogeneidade  $h_2$ . É responsável pelos erros de observação de grande escala ( $EC_2$ ).
- a heterogeneidade  $h_3$ . É responsável pelos erros cíclicos ou periódicos ( $EC_3$ ).

### 3.2.3 Heterogeneidades de um lote bidimensional

Assim como nos lotes unidimensionais, os lotes bidimensionais também apresentam os mesmos três tipos de heterogeneidades. Entretanto para quantificá-las é necessário cortar o lote em no mínimo duas direções, o que é muito mais difícil. Os geostatísticos foram bem sucedidos no estudo deste problema em corpos de minério compactos. A delimitação correta do incremento é fácil de ser obtida quando materiais sólidos compactos são perfurados. Em materiais particulados são encontradas dificuldades para a implementação de uma amostragem correta, pois a delimitação e a extração corretas é muito difícil. A delimitação correta do incremento é fácil de ser obtida quando os materiais perfurados são sólidos compactos.

### 3.2.4 Heterogeneidades de um lote tridimensional

É impossível resolver problemas de amostragem existentes em lotes tridimensionais de materiais particulados. A delimitação correta do incremento é impossível de ser obtida em um lote tridimensional de materiais particulados. Como consequência, a extração correta do incremento também é impossível de ser obtida. A amostra do tipo *manual* (executada com pá) sempre cai nesta categoria, gerando uma variabilidade cuja origem é impossível acessar. Este tipo de amostragem é errado, é um desperdício de dinheiro e, portanto deve ser evitada a todo o custo.

### 3.3 Heterogeneidade de materiais particulados

Os erros encontrados na amostragem estão associados diretamente à existência da heterogeneidade entre as partículas. Um lote, é dito homogêneo, quando todas as partículas componentes do lote são estritamente idênticas. Um lote passa a ser heterogêneo quando a condição da homogeneidade deixa de ocorrer. Pode ser dito também que a homogeneidade ocorre quando a heterogeneidade é nula, sendo a mesma um limite inacessível na natureza.

Existem vários tipos de heterogeneidade. Se o lote for considerado uma população estatística, podem ser identificados dois tipos de heterogeneidade: heterogeneidade de constituição (*HC*) e a heterogeneidade de distribuição (*HD*). Por outro lado, se o lote for considerado uma população seqüencial, outros tipos de heterogeneidade podem ser identificados: heterogeneidade aleatória ( $h_1$ ), heterogeneidade não aleatória ( $h_2$ ) e a heterogeneidade periódica ( $h_3$ ).

Qualquer porção de matéria pode ser considerada uma série de unidades. Estas unidades podem ser:

- ? unidades elementares, tais como: fragmentos, partículas, íons ou moléculas;
- ? unidades multi-elementares, tais como: grupos de fragmentos, tambores, sacos de preenchidos com material, etc.

A seguir será apresentada a formulação matemática das heterogeneidades de distribuição e de constituição, sendo definida a nomenclatura das variáveis que fazem parte desta formulação:

$N_u$  é o número de unidades  $U_m$  contidas no lote L,

$M_m$  é a massa da unidade  $U_m$ ,

$M_L$  é a massa do lote. É a soma de massas  $M_m$  de  $N_u$  unidades  $U_m$ ,

$M_m^*$  é a massa da unidade média  $U_m^*$  do lote L. É definida como sendo a média das massas  $M_m$ ,

$A$  é o componente crítico ou componente de interesse,

$a_m$  é o teor crítico  $A$  na unidade  $U_m$  (é a proporção da massa  $A$  em  $U_m$ ),

$a_L$  é o teor do componente crítico  $A$  no lote L (é a proporção de massa  $A$  em L),

$h_m$  é a contribuição à heterogeneidade do lote L constituído pelas unidades  $U_m$ , sendo definido a seguir:

$$h_m = \frac{a_m \cdot a_L}{a_L} \cdot \frac{M_m}{M_m}$$

com,

$$a_L = \sum_m a_m \cdot M_m$$

e

$$M_m = \frac{M_L}{N_u} \quad (3.1)$$

### 3.3.1 Heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ )

A heterogeneidade de constituição ( $HC$ ) consiste nas diferenças que se verificam entre as partículas ou fragmentos constituintes de um lote  $L$ , quando é efetuada a comparação de uma determinada propriedade. A escala de observação das diferenças se dá entre as partículas ( $U_m = F_i$ ) constituintes do lote  $L$ . Por exemplo, se uma partícula ( $F_1$ ) apresenta um teor  $x_1$  e outra partícula ( $F_2$ ), constituinte do mesmo lote, apresenta um teor  $x_2$ , verifica-se a existência da heterogeneidade de constituição. As partículas podem apresentar diferenças de forma, tamanho, densidade, composição mineralógica, composição química, etc. A mistura ou homogeneização das partículas constituintes do lote não apresenta nenhuma influência sobre a heterogeneidade de constituição. A contribuição da partícula  $F_i$  à heterogeneidade do lote  $L$  é representada por  $h_i$ .

$$h_i = \frac{a_i \cdot a_L}{a_L} \cdot \frac{M_i}{M_i}$$

com

$$i = 1, 2, 3, \dots, N_F$$

e

$$M_i = \frac{M_L}{N_F} \quad (3.2)$$

Então, sob o ponto de vista estatístico, a heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ ) é definida como sendo a variância adimensional e relativa das heterogeneidades  $h_i$  geradas por  $N_F$  partículas  $F_i$ . Salienta-se que  $N_F$  é o número total de partículas constituintes do lote L.

$$HC_L = \frac{\sum h_i^2}{N_F} \quad (3.3)$$

então,

$$HC_L = \frac{\sum a_i^2 M_i^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.4)$$

A heterogeneidade de constituição é uma propriedade intrínseca do lote L e é responsável pelo erro fundamental EF.

### 3.3.2 Heterogeneidade de distribuição de lote ( $HD_L$ )

A heterogeneidade de distribuição ( $HD$ ), por sua vez, consiste nas diferenças existentes entre os grupos de partículas constituintes do lote. A escala de observação se dá no âmbito dos grupos de partículas ( $U_m = G_n$ ) e não mais das partículas individuais como ocorre na heterogeneidade de constituição. Na heterogeneidade de distribuição ( $HD$ ), três fatores são importantes: a heterogeneidade de constituição, a distribuição espacial dos constituintes (estado de segregação) e o formato do lote. A gravidade é responsável pela segregação. Pode ser definido que  $h_n$  é a contribuição do grupo de partículas  $G_n$  à heterogeneidade do lote L:

$$h_n = \frac{a_n^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_n}{M_L}$$

com

$$n = 1, 2, 3, \dots, N_G$$



e

$$M_n^2 = \frac{M_L}{N_G} \quad (3.5)$$

A heterogeneidade de distribuição dos grupos de fragmentos  $G_n$  do lote L é definida, sob o ponto de vista estatístico, como a variância relativa e adimensional  $h_n$  gerada por  $N_G$  grupos  $G_n$ .

$$HD_L = s^2 h_n = \frac{\sum_n h_n^2}{N_G} \quad (3.6)$$

então

$$HD_L = \frac{N_G \sum_n a_n^2 M_n^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.7)$$

onde  $N_G$  é o número total de grupos do lote L.

Ao contrário do que ocorre com as partículas, os grupos de partículas podem sofrer alteração. Qualquer operação de mistura, homogeneização ou segregação modifica a distribuição das partículas componentes dos grupos, e em consequência, o valor da  $HD_L$  também muda. A mistura e a homogeneização reduzem a heterogeneidade de distribuição, enquanto que a segregação provoca o aumento da heterogeneidade. A heterogeneidade de distribuição também depende do tamanho dos grupos de partículas. No limite, se cada grupo for constituído por somente um fragmento, a heterogeneidade de distribuição terá a mesma definição da heterogeneidade de constituição.

A análise da variância da amostragem demonstra que existe uma relação entre as heterogeneidades de constituição e de distribuição.

$$HC_L = HD_L = \overline{HC_n} \text{ e } HC_L = HD_L = 0 \quad (3.8)$$

onde  $\overline{HC_n}$  é a heterogeneidade existente entre as partículas constituintes de um grupo.

A heterogeneidade de distribuição é responsável pelo erro de segregação e grupamento *ESG*.

### 3.3.3 Heterogeneidade de constituição do lote ( $\overline{HC_n}$ ) dentro do grupo de partículas médio

Como os incrementos tomados são formados por mais de uma partícula, a heterogeneidade entre as partículas constituintes do grupo deve ser levada em consideração. Assim, a heterogeneidade de constituição de um grupo de partículas ( $\overline{HC_n}$ ) é a variância relativa e adimensional das heterogeneidades  $h_{nj}$  geradas pelas  $N_{nj}$  partículas  $F_{nj}$  dentro do grupo.

$$\overline{HC_n} = s^2 \sum_{nj} \frac{h_{nj}^2}{N_{nj}} \quad (3.9)$$

onde

$$\overline{HC_n} = \frac{\sum_{nj} N_{nj} a_{nj}^2 M_{nj}^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.10)$$

$$\overline{HC_n} = \sum_n \frac{HC_n}{N_G} \quad (3.11)$$

### 3.3.4 Conceito da heterogeneidade de distribuição mínima $(HD_L)_{min}$ .

Quando um lote sofre um processo de homogeneização, pode-se imaginar que a heterogeneidade de distribuição  $(HD_L)$  alcance um valor mínimo denominado  $(HD_L)_{min}$ . Este valor mínimo também pode ser chamado de homogeneidade de distribuição natural. É um limite inacessível. Neste estágio, cada grupo do lote poderia ser relacionado a uma amostra aleatória.

Ao serem efetuadas as análises da variância da heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ ) e da  $(HD_L)_{\min}$ , verifica-se que a  $HC_L$  é uma propriedade intrínseca do lote e que a  $HD_{L \min}$  é uma variável aleatória. A média da  $HD_{L \min}$ ,  $[m(HD_L)_{\min}]$  pode ser relacionada a  $HC_L$  da seguinte forma:

$$m(HD_L)_{\min} = \frac{N_G + 1}{N_F + 1} \cdot HC_L \quad (3.12)$$

Se o número de partículas e grupos for grande, temos:

$$m(HD_L)_{\min} = \frac{N_G}{N_F} \cdot HC_L \quad (3.13)$$

Verifica-se que quanto maior for o número de grupos, menor será o número de partículas que o compõe. A relação entre o número total de partículas  $N_F$  e número total de grupos  $N_G$  contidos em um lote nos leva até a definição do fator de grupamento  $Y$ , assim:

$$Y = \frac{N_F}{N_G} \quad (3.14)$$

Desde que  $N_F$  e  $N_G$  sejam grandes números e, como ocorre na maior parte das vezes, muito diferentes, temos:

$$1 - Y = \frac{N_F}{N_G} \text{ ou } \frac{1}{1 - Y} = \frac{N_F}{N_G} \quad (3.15)$$

Assim,

$$m(HD_L)_{\min} = \frac{N_G}{N_F} \cdot HC_L = \frac{1}{1 - Y} \cdot HC_L \quad (3.16)$$

onde  $Y$  pode ser positivo e decresce com o aumento do número de grupos e  $Y$  pode ser um valor nulo se  $N_F$  for igual a  $N_G$ .

### 3.3.5 Heterogeneidade de distribuição máxima $(HD_L)_{máx}$ .

Na seção anterior vimos que:

$HC_L \leq HD_L \leq \overline{HC_n}$ , com  $\overline{HC_n}$  maior ou igual a zero, então:

$(HD_L)_{máx} \leq HC_L$ , quando  $HC_n \leq 0$ . Esta condição ocorrerá se:

- i.  $G_n = F_i$ , o que implica na necessidade de todos os grupos serem constituídos por somente uma partícula,
- ii. cada grupo  $G_n$  ser constituído por várias partículas, mas com todas as partículas apresentando a mesma composição. Isto implica numa liberação e separação completas dos minerais constituintes e na existência de grupamentos de minerais de acordo com a sua composição.

As duas hipóteses citadas são casos limites e não ocorrem na prática. Observando-se as definições e relações apresentadas, verifica-se que o domínio prático da heterogeneidade de distribuição do lote  $(HD_L)$  é:

$$(HD_L)_{min} \leq HD_L \leq (HD_L)_{máx} \quad (3.17)$$

Esta relação também pode ser escrita como:

$$\frac{1}{1 + Y} \cdot HC_L \leq HD_L \leq HC_L \quad (3.18)$$

Por conveniência, escreve-se:

$$\frac{1}{1+Y} HC_L = HD_L = \frac{1+Y}{1+Y} HC_L \quad (3.19)$$

Isto quer dizer que para obter o valor da heterogeneidade de distribuição ( $HD_L$ ), deve-se multiplicar  $HC_L$  por algum fator entre 1 e  $1 + Y$ , gerando assim a relação:

$$\frac{1+YZ}{1+Y} \quad (3.20)$$

Assim,  $Z$  é o fator de segregação. O fator  $Z$  apresenta duas situações extremas: quando  $Z$  é igual a zero tem-se  $HD_L = (HD_L)_{min}$  e quando  $Z$  é igual a um tem-se  $HD_L = (HD_L)_{max}$ . Finalmente, pode-se escrever que:

$$HD_L = \frac{1+YZ}{1+Y} HC_L \quad (3.21)$$

ou de forma mais completa

$$HD_L = \frac{1+YZ}{1+Y} \frac{N_G}{N_F} HC_L \quad (3.22)$$

mas como:

$$HC_L = \frac{N_F \sum_i a_i^2 M_i^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.23)$$

então:

$$HD_L = \frac{\sum_{i=1}^n a_i M_i^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.24)$$

Das relações apresentadas podem ser tiradas as seguintes conclusões:

- i. para minimizar os erros gerados pela heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ ), deve-se aumentar o número de partículas da amostra;
- ii. para minimizar os erros gerados pelo fator de segregação, deve-se homogeneizar o lote antes da amostragem;
- iii. para minimizar os erros gerados pelo fator de grupamento, deve-se coletar o maior número de incrementos possível por amostra.

### 3.3.6 Heterogeneidade invariante do lote ( $HI_L$ )

A heterogeneidade de constituição do lote ( $HC_L$ ) pode ser estimada somente em alguns casos muito raros, sendo utilizada basicamente para o desenvolvimento da teoria da amostragem. Para situações práticas, é empregada a heterogeneidade invariante do lote ( $HI_L$ ). A heterogeneidade invariante do lote ( $HI_L$ ) é definida como:

$$HI_L = HC_L \cdot \frac{M_L}{N_F} = \frac{\sum_{i=1}^n a_i M_i^2}{a_L^2 M_L^2} \quad (3.25)$$

As dimensões de massa são expressas em gramas. No caso de materiais particulados, a  $HI_L$  pode ser expressa como um produto de cinco fatores, conforme Gy (1979).

$$HI_L = c.l.f.g.d^3 \quad (3.26)$$

onde:  $c$  é o parâmetro de constituição, tendo as dimensões de densidade expressas em  $\text{g/cm}^3$ ,

$l$  é o parâmetro de liberação das partículas (adimensional),

$f$  é o fator de forma das partículas,

$g$  é o fator de distribuição granulométrica das partículas,

$d$  é o parâmetro que descreve o tamanho das partículas mais grosseiras, sendo expresso em cm. É definido como a abertura da peneira que retém cinco por cento da massa do lote.

A seguir os parâmetros acima serão descritos, sendo apresentada a forma de obtenção dos valores correspondentes a cada um dos mesmos.

i. Parâmetro de constituição  $c$ ;

Se o material fosse homogêneo, o parâmetro de constituição  $c$  seria nulo. Por outro lado, se o material está completamente liberado, o fator  $c$  é definido como:

$$c = \frac{a_L \cdot \rho_A - a_L \cdot \rho_G}{a_L} \quad \text{g/cm}^3$$

onde:  $a_L$  é a proporção ou teor do componente A no lote L,

$\rho_A$  é a densidade do componente crítico A ( $\text{g/cm}^3$ ),

$\rho_G$  é a densidade média dos componentes não críticos remanescentes ( $\text{g/cm}^3$ ).

ii. Parâmetro de liberação  $l$ ;

Como na prática os materiais usualmente não se encontram totalmente liberados, é aplicado um fator de correção  $l$  sobre o parâmetro de constituição  $c$ . Este fator é denominado de parâmetro de liberação. Se o material for completamente homogêneo teremos um fator de liberação igual a zero. Porém, se ele for completamente heterogêneo, o fator de liberação será igual a um. A maioria dos materiais pode ser classificada segundo o seu grau de heterogeneidade. Assim, o material é:

☞ muito heterogêneo, quando existe uma evidência visível de uma liberação completa. Neste caso,  $l$  é igual a 0,8.

- ☞ heterogêneo, quando existe uma evidência visível de alguma liberação. Neste caso,  $l$  é igual a 0,4.
- ☞ medianamente heterogêneo, quando a evidência da liberação aparece somente após o uso da análise microscópica. Neste caso,  $l$  é igual a 0,2.
- ☞ homogêneo, quando não existe evidência de qualquer liberação através da realização da análise microscópica. Neste caso,  $l$  é menor 0,1.

O fator de liberação  $l$  é calculado através da seguinte equação:

$$l = \sqrt{\frac{d_1}{d}} \quad (3.27)$$

onde:  $d$  é o top-size das partículas constituintes do lote. Expressa em centímetros e  $d_1$  é a granulometria na qual a liberação ocorre. Expressa em centímetros.

Se  $d$  for menor que  $d_1$ , esta fórmula não é aplicada e, por definição,  $l$  é igual a um.

iii. Parâmetro de forma  $f$ ;

Este fator pode ser definido como o coeficiente de cubicidade das partículas pertencentes ao lote. Por definição,  $f = 1$  quando as partículas são cubos perfeitos. Para o caso de uma esfera, o valor de  $f$  é igual a 0,52. Partículas mais compactas possuem o valor de  $f$  próximo a 0,50. As exceções são: os minerais lamelares (biotita, mica, scheelita) os quais apresentam  $f$  igual a 0,1, os minerais achatados por esforços mecânicos ( $f = 0,2$ ), tais como o ouro nativo e o ouro liberado e os minerais aciculares ( $f > 1,0$ ), tais como os asbestos, serpentinas e turmalinas.

iv. Fator de Distribuição granulométrica  $g$ ;

O fator de distribuição granulométrica é a relação entre as granulometria do top-size  $d'$  e  $d$ . A granulometria  $d'$  está relacionada à malha em que 5% da massa do lote é passante, enquanto que a granulometria  $d$  refere-se à malha em que 5% da massa do lote é retida.



$$g = \frac{d}{d'} \quad (3.28)$$

O valor de  $g$  é adimensional e, na prática, temos que:

- ☞ grande faixa de tamanho ( $d/d' > 4$ ):  $g = 0,25$ ;
- ☞ faixa intermediária de tamanho ( $d/d' > 2$ ):  $g = 0,50$ ;
- ☞ pequena faixa de tamanho ( $d/d' < 2$ ):  $g = 0,75$ ;
- ☞ tamanho uniforme:  $g = 1,00$ .

v. Tamanho Máximo das Partículas  $d$ ;

É definido como sendo a abertura da tela da peneira que retém cinco por cento da massa do lote. Como, na expressão de cálculo da heterogeneidade invariante ( $HI_L$ ), esta granulometria é elevada à terceira potência, pôr isso deve ser determinada com muito cuidado.

Após todas as definições e considerações feitas, tem-se todos os elementos necessários para o cálculo da heterogeneidade invariante, assim:

$$HI_L = \underbrace{f.g.c.l.}_{\text{Constante de amostragem } C} \cdot d^3 \cdot \text{top-size das partículas}$$

### 3.4 Erro fundamental

Após a conclusão das considerações feitas nas seções precedentes deste capítulo, chega-se à definição do primeiro tipo de erro causado pela heterogeneidade das partículas de um lote. Este erro, chamado *erro fundamental*, pode ser definido como sendo um erro que ocorre quando o processo de seleção é correto, isto é, o processo é probabilístico

uniforme e quando os incrementos formadores da amostra são constituídos por somente uma partícula selecionada de forma independente.

O erro fundamental é o único erro que não pode ser reduzido a zero, mesmo quando as hipóteses mais favoráveis são aceitas (Gy, 1998). Desta forma, em cada estágio do protocolo amostral tem-se a ocorrência ao menos do erro fundamental.

Para que as propriedades do erro fundamental sejam compreendidas é necessária uma abordagem matemática. Assim, o teor  $a_E$  da amostra é definido como sendo o quociente de duas variáveis aleatórias. O numerador é a massa  $A_E$  do componente crítico  $A$  na amostra  $E$ ; o denominador é a massa total  $M_E$  da amostra. Em geral, este quociente não segue nenhuma lei de distribuição estatística simples. Para que a lei de distribuição de  $a_E$  seja aproximadamente gaussiana, as duas condições abaixo devem ser satisfeitas simultaneamente (Gy, 1998):

- i. tanto o numerador quanto o denominador são aproximadamente normais;
- ii. tanto o numerador quanto o denominador apresentam baixos coeficientes de variação.

Em geral, as condições mencionadas acima são satisfeitas quando outras duas condições ocorrem:

- iii. o teor médio  $a_L$  do lote  $L$  não é pequeno demais (esta condição não é satisfeita para os elementos traços, onde  $a_L < 1$  ppm);
- iv. a probabilidade de seleção uniforme  $P$  não é pequena demais.

As condições (iii.) e (iv.) podem ser resumidas no seguinte: o número de elementos críticos na amostra não deveria ser *pequeno demais*. Mas, o que é ser *pequeno demais*? Ou, por outro lado, o que é um *grande número* de partículas críticas? Para fins práticos assume-se que *pequena demais* é a amostra que apresenta menos de 30 partículas ou elementos críticos e, um número de partículas críticas grande é aquele superior a 50 partículas. Se  $a_L$  é igual a 1 ppm, existe a expectativa de que o teor  $a_E$  também seja de aproximadamente 1 ppm. Assumindo que os componentes, críticos ou não, apresentem massas similares e estejam completamente liberados, a amostra conterà, em média, uma partícula crítica em um milhão de partículas. Como a amostra deve conter 30, ou melhor, 50 elementos críticos, a massa média da amostra  $M_E = PM_L$  deve ser, no mínimo, igual a 50 milhões de vezes maior que a massa da partícula média. Considerando a importância das condições

citadas para o entendimento da amostragem probabilística e do erro fundamental, será transcrito a seguir o exemplo prático apresentado por Gy (1998).

*Exemplo 3.1:* Um depósito aluvionar apresenta ouro liberado com um teor de 1 g/t (1 ppm) e grãos de quartzo com diâmetro de 0,2 mm. Os grãos de quartzo possuem o mesmo diâmetro dos grãos de ouro. O peso específico do ouro é de 19,3. Cada grão de ouro esférico com 0,2 mm de diâmetro apresenta um volume de  $0,004 \text{ mm}^3$  e pesa 0,076 mg. Assim, um quilograma de amostra contém 1 mg ou 13 grãos de ouro. Como já vimos, o número de grãos é pequeno demais. Se a regra das 50 partículas for considerada, a amostra deverá conter, em média 3,8 mg de ouro e deverá pesar 3,8 quilogramas. Desta forma, se o lote possui uma massa  $M_L$  igual a 100 Kg, a probabilidade uniforme  $P$  será de 0,04 (4 %).

$$P \approx \frac{M_E}{M_L} \approx \frac{3,8}{100} \approx 0,04 \quad (3.29)$$

Esta regra é de suma importância quando se considera o processo de redução do tamanho da amostra, a fim de se obter a massa necessária para a realização da análise. Como no processo de redução da massa da amostra é necessária a redução da granulometria, deve ser considerado que o número mínimo de 50 partículas críticas seja mantido ao longo de todo o processo. Quando o número de partículas críticas for inferior a 30 ou 50 partículas, a distribuição do teor passa a perder a sua condição de normalidade, tendendo para uma distribuição log-normal. Deve-se frisar que uma das características da distribuição log-normal num processo amostral é a existência de erros sistemáticos.

### 3.4.1 Média do erro fundamental – $m(EF)$

A média  $m(EF)$  de uma distribuição do erro fundamental ( $EF$ ) nunca é estruturalmente nula. Isto ocorre porque o teor da amostra é o resultado de duas variáveis aleatórias que podem ser expressas como séries de potência, nos quais somente o primeiro termo da equação é igual a  $a_L$ . A média  $m(EF)$  é estruturalmente reduzida a zero somente se uma das duas condições a seguir é satisfeita:

- i.  $P = 1$ , ou seja, a amostra é formada pelo próprio lote;
- ii.  $a_i = a_L$  para todos os valores  $i$ , ou seja, o lote é completamente homogêneo.

Deve-se sublinhar que ambas as condições não ocorrem na prática amostral.

### 3.4.2 Variância $s^2(EF)$ do erro fundamental

A variância do erro fundamental pode ser escrita como:

$$s^2_{EF} = \frac{1 - P}{P \cdot M_L} \cdot H \cdot L \quad (3.30)$$

onde  $P$  é a probabilidade de seleção.  $P$  deve permanecer constante se a amostragem é concebida e executada de forma correta. Para que isto ocorra, o teor  $a_E$  da amostra deve seguir a distribuição normal, aceitando-se que o valor central seja o teor  $a_L$  (teor real e desconhecido) do lote. A amostragem é executada de forma correta quando todas as partículas pertencentes ao lote têm a mesma chance de fazerem parte da amostra.

Como,  $P = \frac{M_E}{M_L}$ , temos:

$$s^2_{EF} = \frac{1 - \frac{M_E}{M_L}}{\frac{M_E}{M_L} \cdot M_L} \cdot H \cdot L \quad (3.31)$$

se  $M_L \gg M_E$ , então:

$$s^2_{EF} = \frac{c.l.f.g.d^3}{M_E} = \frac{Cd^3}{M_E} \quad (3.32)$$

Ao observarmos as expressões para a variância do erro fundamental, fica evidente que a mesma é nula se  $P = 1$  ou se  $M_E = M_L$ , ou ainda, se algum dos fatores empregados no cálculo da heterogeneidade invariante for nulo.

O parâmetro  $c$ , por definição, é o produto de uma fração e é a soma de dois termos maiores ou iguais a zero que não podem ser nulos ao mesmo tempo. Portanto  $c$  nunca é nulo. Os outros fatores empregados no cálculo da heterogeneidade invariante são estritamente positivos ou podem ser nulos em situações consideradas não realistas. A fração  $(1 - a_L)/a_L$  somente é igual a zero quando  $a_L = 1$ , ou seja, se o material é composto por um constituinte completamente puro. Esta condição também é completamente irreal. Assim a variância do erro fundamental  $s^2(EF)$  nunca é nula, embora existam formas de minimizá-la.

Os fatores  $c$ ,  $l$ ,  $f$ , e  $g$  são fatores associados à natureza do material do lote, desta forma não é possível modificá-las ao longo do processo de amostragem e preparação da amostra. Por outro lado, as variáveis  $d$  e  $M_E$  podem sofrer modificações. No caso de materiais particulados, o tamanho máximo da partícula  $d$  pode ser reduzido. Usualmente isto é feito durante o processo de preparação da amostra, quando a massa da amostra é reduzida a fim de se obter a massa a ser empregada na análise. Outra forma de minimizar a variância do erro fundamental  $s^2(EF)$  é através do aumento da massa  $M_E$  da amostra. A busca de uma maior reprodutibilidade provoca um aumento no custo do processo de controle de qualidade. Este aumento depende do material amostrado, das condições operacionais existentes e do nível de reprodutibilidade ou precisão que é necessário obter.

A fórmula  $s^2(EF) = Cd^3 / M_E$  pode ser empregada para:

- i. calcular a variância do erro fundamental  $s^2(EF)$ , dados  $d$  e  $M_E$ ;

$$s^2(EF) = Cd^3 / M_E \quad (3.33)$$

- ii. calcular a massa da amostra  $M_{E0}$  mínima que deve ser tomada, dados  $d$  e a variância máxima permitida  $S_0^2$ , a qual não deve ser excedida;

$$M_{E0} = Cd^3 / S_0^2 \quad (3.34)$$

- iii. calcular  $d$ , dados  $M_E$  e  $S_0^2$ , ou seja, para qual tamanho o lote deve ser britado ou moído antes da amostragem.

$$D = \sqrt[3]{\frac{CS_0^2 \cdot EF}{M_E}} \quad (3.35)$$

O conhecimento do valor da variância do erro da amostra é importante, porque o seu resultado possibilita a realização do cálculo dos limites de confiabilidade do teor desta amostra. Conhecendo-se o valor da variância relativa do erro fundamental  $s^2(EF)$ , o desvio padrão relativo do erro fundamental  $s(EF)$  é calculado com facilidade.

$$s(EF) = \sqrt{s^2(EF)} \quad (3.36)$$

O desvio padrão relativo do erro fundamental pode ser transformado em desvio padrão absoluto através da multiplicação do primeiro pelo teor da amostra.

$$s(a_E) = a_E \cdot s(EF) \quad (3.37)$$

Assumindo que a distribuição do erro seja normal, os limites de confiança para 95% de confiabilidade são:  $\pm 2 s(a_E)$ . Desta feita:

$$a_L = a_E \pm 2s(a_E) \quad (3.38)$$

Como já foi visto, o modelo matemático do erro fundamental está baseado nas condições de que todo e qualquer elemento constituinte do lote apresenta igual probabilidade de ser selecionado para fazer parte da amostra e de que o processo de seleção é constituído por incrementos formados por uma única partícula. Então:

- i. a amostragem não apresenta erros sistemáticos, exceto para o caso limite dos elementos traços;

- ii. a amostragem assegura a máxima reprodutibilidade, isto é, a menor variância;
- iii. como corolário de (i.) e (ii.), o erro quadrado médio é mínimo, garantindo a representatividade máxima.

### 3.4.2 Exemplos de cálculo do erro fundamental

Nesta seção, o cálculo do erro fundamental será ilustrado através de alguns exemplos. Será proposta também a utilização de uma tabela de cálculo, com o objetivo de identificar rapidamente qual é a etapa mais crítica do processo de amostragem e preparação da amostra no que concerne ao erro fundamental.

*Exemplo 3.2:* Uma amostra pesando 100 g é analisada para a determinação de traços de mercúrio. A constante da amostragem  $C$  do mercúrio foi calculada, sendo encontrado o valor  $C = 2500$ . Os maiores fragmentos da amostra possuem tamanho igual a 0.9 cm.

Calcular o desvio padrão do erro fundamental  $s_{FE}$ .

Solução:

Como  $s^2(EF) = Cd^3 / M_E$ , temos:

$$s^2(EF) = 2500 \cdot (0,9)^3 / 100 = 18$$

$$s(EF) = 4,24 \text{ ou } 424 \%$$

Conclusão: o protocolo de amostragem empregado é tremendamente falho. Para melhorar a precisão deveria ser tomada uma amostra com maior massa, ou a granulometria da amostra deveria ser menor ou ambas as situações deveriam ser empregadas.

*Exemplo 3.3:* Calcular a variância do erro fundamental  $s^2(EF)$  e a precisão para um intervalo de confiabilidade de 95 % de uma amostragem de carvão mineral, dados:

Teor de cinzas: 54,0%

Top-size: 5,0 cm

Constante  $C$ : 0,032

Massa Amostra: 700.000 g

Solução:

$$s^2_{EF} = 5,714 \cdot 10^{-6} \quad s_{EF} = 0,0024$$

$$s^2_{a_E} = 0,0024 \cdot 0,54 = 0,0013$$

para 95 % de confiabilidade  $\approx 2s_{a_E} = 0,0026 \approx 0,26\%$

Conclusão: Em caso de reprodutibilidade dos resultados, considerando-se somente o erro fundamental, os resultados esperados deveriam ficar compreendidos entre 54 % +/- 0,26 %.

*Exemplo 3.4* (Pitard, 1998): Uma amostragem rotineira de carvão é efetuada através do emprego de uma perfuratriz a diamante. São geradas amostras pesando 5000 gramas. Deseja-se analisar o teor de cinzas do carvão, o qual se estima estar em torno de 12 %. Uma rápida análise em microscópio determinou que o tamanho máximo das partículas de cinzas é de 100  $\mu$ m. A amostra é submetida ao seguinte protocolo de amostragem:

- i. a amostra é britada para menos que 2,5 cm,
- ii. a amostra é dividida em duas metades de 2500 g,
- iii. a amostra terciária de 625 g é obtida através de quarteamento,
- iv. a amostra terciária é pulverizada abaixo da malha 100 Tyler (0,015 cm),
- v. finalmente, o teor de cinzas é analisado através da retirada de 1 g para o ensaio analítico.

Calcular a constante de amostragem  $C$  para cada estágio de amostragem.

Calcular a variância do erro fundamental para cada estágio da amostragem.

Calcular o desvio padrão do erro fundamental que afeta todo o protocolo.

Verificar quais são os pontos fracos deste protocolo de amostragem e o que pode ser feito para melhorá-lo.

Solução:



Para a realização dos cálculos serão empregadas as seguintes fórmulas:

Fator de liberação  $\gamma = \sqrt{d_1/d}$ , onde  $d_1 = 100 \text{ micra}$ ,

Constante da amostragem =  $C = f.g.c.l$ ,

Variância do EF =  $s_{EF}^2 = \frac{1}{M_E} \cdot \frac{1}{M_L} \cdot C \cdot d^3$

Os resultados dos cálculos são apresentados na Tabela 3.1.

*Tabela 3.1 Cálculo da variância do erro fundamental (EF).*

Etapa	Massa (g)		Teor	Granulometria (cm)		Fatores para cálculo de C					C	$s^2(\text{EF})$
	Inicial	Final		Top-size	Liberação	c	f	g	l			
1	1E+08	5000	0,12	2,5	0,01	15,43	0,50	0,25	0,06	0,1220	3,81.10 <sup>-4</sup>	
2	5000	2500	0,12	2,5	0,01	15,43	0,50	0,25	0,06	0,1220	7,63.10 <sup>-4</sup>	
3	2500	625	0,12	2,5	0,01	15,43	0,50	0,25	0,06	0,1220	2,29.10 <sup>-3</sup>	
4	625	1	0,12	0,015	0,01	15,43	0,50	0,25	0,82	1,5747	5,31.10 <sup>-6</sup>	
											3,44.10 <sup>-3</sup>	

A variância do erro fundamental calculada é igual a  $3,44.10^{-3}$ .

O desvio padrão do erro fundamental que afeta todo o protocolo de amostragem é calculado a seguir:

Desvio padrão relativo =  $s_{EF} = \sqrt{s^2_{EF}} = 5,17.10^{-2}$

Desvio padrão absoluto =  $s(a_E) = a_E \cdot s(EF) = 7,04.10^{-3}$

Assumindo que a distribuição do erro seja normal, os limites de confiança para 95% de confiabilidade são:  $\pm 2s(a_E)$ . Desta feita a reprodutibilidade da amostragem, considerando somente a influência do erro fundamental, seria de: 12,00 %  $\pm$  0,70 %.

Observando a Tabela 3.1 verifica-se que a etapa 3 foi a que apresentou a maior variância do erro fundamental. Isto se deveu à acentuada redução de massa sem ter como contrapartida a redução da granulometria. Para melhorar a precisão seria aconselhável efetuar a redução da granulometria da sub-amostra de 2500 g antes da realização do quarteamento. No entanto, deve ser frisado que a precisão mínima aceitável em um protocolo de amostragem é um valor subjetivo que deve ser definido pelas partes

interessadas na amostragem. Assim, o valor encontrado (neste exemplo igual a 0,62%) pode ser satisfatório para alguns contratos e insatisfatório para outros.

### 3.5 Erro de segregação e grupamento

Na situação zero-dimensional, como já vimos, a variância de uma característica do material amostrado ocorre devido à existência da heterogeneidade de constituição. A heterogeneidade de constituição é verificada na escala de partículas individualizadas, onde cada incremento é formado por somente uma partícula. Esta heterogeneidade é medida e representada pelo erro fundamental. Por sua vez, a heterogeneidade de distribuição é medida na escala de grupos de partículas. Neste caso, cada incremento é formado por grupos de partículas, isto gera um erro prático mínimo. Este erro é originário do somatório dos erros fundamental e de segregação e grupamento. O erro de segregação e grupamento deve-se à ação que a força da gravidade exerce sobre as partículas. As partículas constituintes do incremento não são completamente independentes umas em relação as outras. Esta perda de independência provoca o aparecimento de um erro suplementar ao erro fundamental.

Comparando a variância do Erro Prático Mínimo ( $s^2_{EPM}$ ) com a variância do Erro Fundamental ( $s^2_{EF}$ ), observa-se a simetria entre as duas variâncias:

$$s^2_{EPM} = \frac{1}{P} \cdot \frac{HD_L}{N_I} \quad (3.39)$$

$$s^2_{EF} = \frac{1}{P} \cdot \frac{HC_L}{N_F} \quad (3.40)$$

Resgatando a relação entre a heterogeneidade de distribuição de um lote ( $HD_L$ ) e a heterogeneidade de constituição de um lote ( $HC_L$ ), temos:

$$HD_L = HC_L \cdot \frac{1}{Y} \quad (3.41)$$

onde:  $Z$  é o parâmetro de segregação. O parâmetro  $Z$  é adimensional, caracteriza a distribuição das partículas dentro do lote  $L$  e varia entre zero e um.  $Y$  é o parâmetro adimensional de grupamento. O parâmetro  $Y$  caracteriza o tamanho dos incrementos e é sempre positivo ou nulo. Por definição,  $Y$  é igual a  $(N_F - 1)/(N_I - 1)$ .

Assim, podemos deduzir que:

$$\frac{s_{EPM}^2}{s_{EF}^2} = \frac{HD_L N_F}{HC_L N_I} = 1 + YZ \frac{N_F - 1}{N_I - 1} \quad (3.42)$$

Como, usualmente,  $N_F$  e  $N_I$  são muito maiores que um, o último quociente é virtualmente igual a um. E, como o produto  $YZ$  é sempre positivo ou nulo, temos:

$$s_{EPM}^2 = 1 + YZ s_{EF}^2 = s_{EF}^2 \quad (3.43)$$

Desta relação pode-se concluir que:

- i. a variância do erro prático mínimo ( $s_{EPM}^2$ ) é sempre maior ou igual a variância do erro fundamental ( $s_{EF}^2$ );
- ii. a variância do erro prático mínimo ( $s_{EPM}^2$ ) é, no máximo, o dobro do valor do erro fundamental ( $s_{EF}^2$ ).

O erro de segregação e grupamento é definido através das seguintes igualdades:

$$EPM = EF + ESG \text{ e } s_{EPM}^2 = s_{EF}^2 + s_{ESG}^2 \quad (3.44)$$

As variâncias do Erro de Segregação e Grupamento e do Erro Prático Mínimo também podem ser expressas da seguinte forma:

$$s_{EPM}^2 = (1 + YZ) s_{EF}^2 = s_{EF}^2 + YZ s_{EF}^2 \quad (3.45)$$

Assim:

$$s^2_{ESG} = YZ.s^2_{EF} \quad (3.46)$$

### 3.5.1 Anulação do erro de segregação e grupamento

A anulação do erro de segregação e grupamento (*ESG*) exige que a variância do erro ( $s^2_{ESG}$ ) seja zerada. Observando a relação  $s^2_{ESG} = YZ.s^2_{EF}$ , constata-se que para esta variância ser anulada um dos fatores que a compõe deve ser nulo.

A anulação do fator de grupamento *Y* somente pode ser obtida no caso de cada incremento ser formado por uma única partícula. Tal condição usualmente não apresenta viabilidade econômica. Portanto, na prática, o parâmetro *Y* nunca pode ser cancelado. O fator de segregação *Z* é anulado quando as partículas constituintes do lote são estritamente homogêneas. Na maioria dos casos o fator *Z* é sempre positivo.

A variância do erro fundamental  $s^2_{EF}$ , como já vimos, nunca pode ser zerada. Assim, no caso de partículas sólidas não existem formas de cancelamento do erro de segregação e grupamento. A única exceção ocorre quando o lote apresenta um peso muito pequeno e é formado por um pó fino e seco, tornando o contraste entre as densidades das partículas muito pequeno. Em qualquer outro caso, a homogeneização é custosa, aleatória e incompleta.

### 3.5.2 Minimização da variância do erro de segregação e grupamento ( $s^2_{ESG}$ )

Embora a variância do erro de segregação e grupamento ( $s^2_{ESG}$ ) não possa ser eliminada, pode-se buscar a sua minimização. Isto é conseguido através da redução da variância do erro fundamental ( $s^2_{EF}$ ), através da minimização do fator de grupamento *Y* e da minimização do fator de segregação *Z*.

Para ilustrar a afirmação acima, foi efetuado o seguinte ensaio:

Uma amostra de carvão moída abaixo de 0,25 mm pesando 1500 g foi dividida em três partes de 500 g cada uma. Cada uma das partes sofreu um processo de preparação

distinto. A parte *A* foi espalhada num formato quadrado sobre uma chapa de aço e subdividida em oito partes aproximadamente iguais através do emprego de um quadro padrão. Não foi previamente homogeneizada. A parte *B* também não foi previamente homogeneizada, sendo subdividida em oito partes aproximadamente iguais através do uso de um divisor de amostras tipo Jones. A parte *C*, por sua vez, foi inicialmente homogeneizada, empregando-se para tal um misturador em *V*. Depois foi dividida em oito partes também sendo empregado o divisor de amostras tipo Jones. A seguir cada fração obtida (pesando em média 62 g) foi analisada para a determinação do teor de cinzas em base seca.

Os resultados das análises são mostrados na Tabela 3.2.

*Tabela 3.2 Resultados do teor de cinzas para as formas A, B e C de preparação.*

Amostra	Teste		
	A	B	C
1	28,58	28,57	28,78
2	28,50	28,74	28,76
3	28,87	28,53	28,74
4	28,99	28,51	28,80
5	28,72	28,60	28,71
6	28,69	28,62	28,79
7	29,09	28,59	28,66
8	28,87	28,86	28,75
Média	28,79	28,63	28,75
Desvio padrão	0,20	0,12	0,05
Variância	0,041	0,014	0,002

A seguir foi efetuado o cálculo teórico do erro de preparação e análise total, tomando por base o protocolo de preparação empregado e as características do carvão analisado. Os resultados do cálculo são apresentados na Tabela 3.3.

*Tabela 3.3 Cálculo da variância do erro fundamental.*

Etapa	Massa (g)		Teor	Granulometria (cm)		Fatores para cálculo de C				C	s <sup>2</sup> (EF)
	Inicial	Final		Top-size	Liberação	c	f	g	l		
1	1500	500	0,28	0,025	0,025	5,08	0,50	0,25	1,00	0,6351	1,32.10 <sup>-8</sup>
2	500	250	0,28	0,025	0,025	5,08	0,50	0,25	1,00	0,6351	1,98.10 <sup>-8</sup>
3	250	125	0,28	0,025	0,025	5,08	0,50	0,25	1,00	0,6351	3,97.10 <sup>-8</sup>
4	125	62	0,28	0,025	0,025	5,08	0,50	0,25	1,00	0,6351	8,07.10 <sup>-8</sup>
5	62	1	0,28	0,025	0,025	5,08	0,50	0,25	1,00	0,6351	9,76.10 <sup>-6</sup>
										S	9,90.10 <sup>-6</sup>

O valor da variância do erro fundamental total foi de  $9,90 \cdot 10^{-6}$ . Considerando a teoria da amostragem, a variância do erro de segregação e grupamento máximo é igual à variância do erro fundamental. Assim, uma estimativa conservadora para a variância do erro de segregação e grupamento seria igualá-la a  $9,90 \cdot 10^{-6}$ . A estimativa da variância do erro analítico para o laboratório que efetuou as análises é  $1,75 \cdot 10^{-7}$ . Somando-se as variâncias acima, obtêm-se o valor da variância relativa do erro total  $s^2(ET)$ .

$$s^2(ET) = 2,00 \cdot 10^{-5}$$

Desta forma, o desvio padrão relativo do erro total  $s(ET)$ , o desvio padrão absoluto do erro total  $s(a_E \text{ Total})$  e a precisão para o intervalo de confiança de 95 %  $2s(a_E \text{ Total})$  são os seguintes:

$$s(ET) = 4,47 \cdot 10^{-3}$$

$$s(a_E \text{ Total}) = 1,25 \cdot 10^{-3}$$

$$2s(a_E \text{ Total}) = 0,25\%$$

Comparando o desvio padrão de cada uma das formas de preparação (Tabela 3.2), verifica-se que os valores encontrados foram todos inferiores ao valor calculado empregando os conceitos da teoria da amostragem. Isto mostra que o valor calculado pela teoria da amostragem poderia ser empregado para a estimativa da precisão de um protocolo de amostragem ou para a otimização deste protocolo. A Tabela 3.2 mostra também que na medida em que é reduzida a segregação entre as partículas, a variância do erro total tende a ser menor, o que vem de encontro da teoria do erro de segregação e grupamento.

### 3.6 Erro de integração

No caso de lotes unidimensionais, tais como fluxos de correias transportadoras ou pilhas alongadas de materiais particulados, a variabilidade existente entre as partículas e entre grupos de partículas promove a ocorrência dos erros de grande escala de observação,

tais como o erro de integração, o erro periódico e o erro de variação do peso. Para demonstrar os erros de amostragem associados aos lotes uni-dimensionais, vamos considerar um lote de material transportado por uma correia transportadora durante o intervalo  $T_L$  (Figura 3.1). A amostra tomada é o somatório dos incrementos coletados. Assim, o erro total é o somatório dos modelos zero-dimensional e uni-dimensional.

Esses dois modelos representam o mesmo fenômeno sendo complementares e não contraditórios. Os erros de extração e delimitação da amostra, como já vimos, devem ser eliminados. Caso ocorram, eles acabam se somando aos erros dos dois modelos e geralmente provocam o aparecimento de erros sistemáticos, afetando a acuracidade do resultado da amostragem. Se a taxa de fluxo do material transportado pelo transportador de correia for constante, todos os incrementos devem apresentar a mesma massa. Nesta situação, o erro de variação de peso é nulo.

Observando a Figura 3.1, verifica-se que, em um período de tempo curto, a variação do teor  $a(t)$  é quase imperceptível. Evidências experimentais mostram que se as flutuações na taxa de fluxo não são maiores  $\pm 20\%$  da média do fluxo, a curva da heterogeneidade de composição  $h(t)$  é, na prática, indistinguível da curva  $a(t)$  (Gy, 1998).

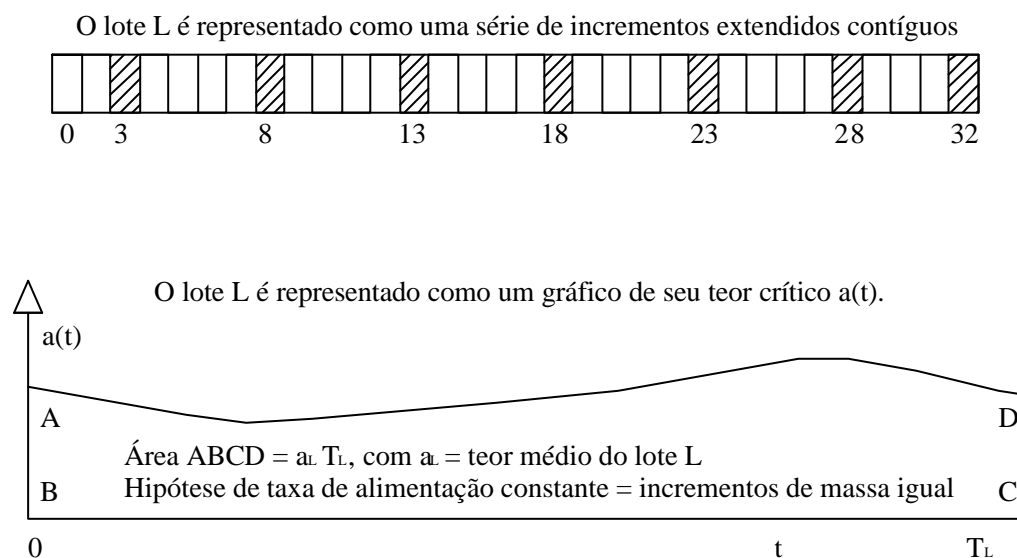


Figura 3.1 Duas formas de representação do lote L.

Quando as variações de peso dos incrementos são superiores a 20 %, a heterogeneidade de composição  $h(t)$  deve ser levada em conta nos cálculos da variância do erro da amostragem. O lote ao ser manuseado por completo gasta usualmente um tempo  $T_L$  de muitos minutos, as vezes horas, para passar pelo ponto de amostragem. O intervalo  $\Delta t$ , empregado para a retirada do incremento pelo equipamento de amostragem, corresponde a

um espaço de alguns poucos segundos (Figura 3.1). Verifica-se que a variação de  $a(t)$  neste intervalo é desprezível, ao contrário do que ocorre ao longo de todo o intervalo de tempo  $T_L$ , onde a variação de  $a(t)$  é pronunciada. Cada incremento coletado passa a se comportar como um lote zero dimensional. A amostra coletada passa a apresentar a ocorrência dos erros fundamental ( $EF$ ) e de segregação e grupamento ( $ESG$ ). Os erros zero dimensionais devem ser adicionados aos erros unidimensionais.

Nos lotes unidimensionais, a função da heterogeneidade de composição  $h(t)$  deve ser associada à variância do erro de amostragem gerado ao ser coletada a amostra e durante a realização do transporte do lote L. Se a expressão matemática de  $h(t)$  fosse conhecida durante todo o período de produção do lote L, seria possível calcular o teor real do lote L. Como esta expressão nunca é conhecida, a natureza da equação da função  $h(t)$  deve ser estudada.

### 3.6.1 Natureza da função $x(t)$

A função  $x(t)$  será adotada a partir de agora para representar a função  $a(t)$  ou  $h(t)$ . O exame de muitas séries de tempo envolvendo uma função  $x(t_q)$  tem mostrado que estas séries nunca podem ser expressas por equações matemáticas simples (Gy, 1998). Um estudo mais aprofundado mostrou que todas estas séries de resultados apresentaram uma dupla característica. Em primeiro lugar, elas possuem uma certa continuidade, verificada somente em uma grande escala de observação, em segundo lugar, elas mostram uma certa descontinuidade ou quase aleatoriedade, a qual atua na escala dos incrementos  $I_q$  e de seus elementos constituintes. Esta descontinuidade simplesmente reflete a descontinuidade essencial presente em todos os materiais e a natureza aleatória da análise (Gy, 1998).

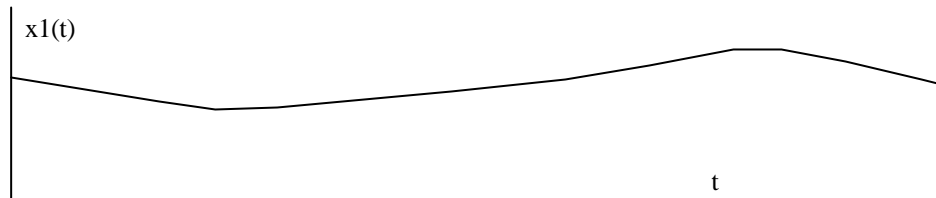
Isto conduz para o reconhecimento de três tipos de relação entre as funções  $x(t)$  e a variável de tempo ( $t$ ), como é mostrado na Figura 3.2.

- i. continuidade (nunca pode ser expressa matematicamente). Qualquer que seja o valor de  $t$ ,  $x_1(t)$  terá um valor único e claramente definido. Esta função é essencialmente contínua, isto é, com um número finito de descontinuidades;
- ii. descontinuidade ou quase aleatoriedade. Qualquer que seja o valor de  $t$ , não existe qualquer conexão ou correlação entre  $x_2(t)$  e  $x_2(t + ?t)$ . A

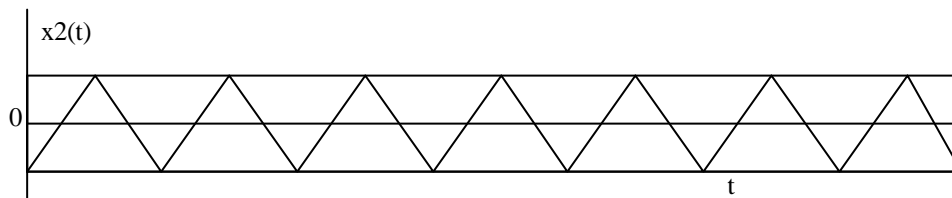


função  $x_2(t)$  é descontínua em qualquer ponto e se comporta como uma função aleatória;

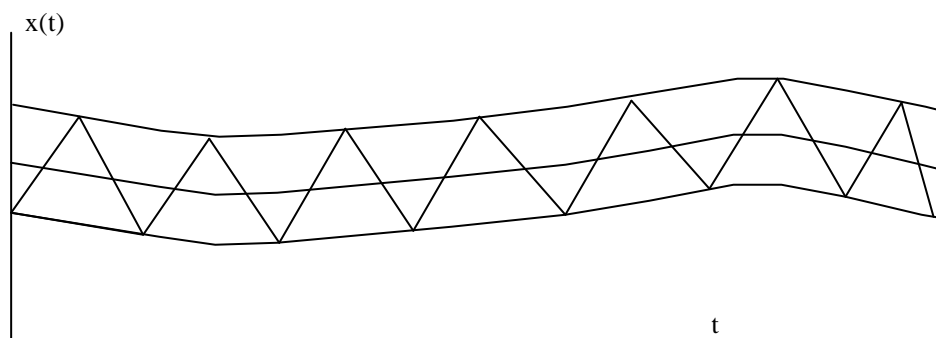
- iii. estocástica. É o híbrido formado da adição das duas primeiras. Para cada valor de  $t$ , existe uma correlação variável entre  $x(t)$  e  $x(t + \Delta t)$ . Porém, a função  $x(t)$  permanece descontínua em cada ponto.



(a) Processo contínuo  $x_1(t)$ . A curva é contínua em qualquer ponto.



(b) Processo Descontínuo ou "quase aleatório"  $x_2(t)$ . A curva é descontínua em qualquer ponto.



(c) Processo Estocástico:  $x(t) = x_1(t) + x_2(t)$ .

*Figura 3.2 Processos contínuos, descontínuos e estocásticos.*

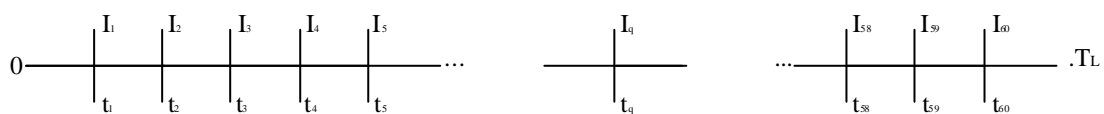
### 3.6.2 Caracterização da função $x(t)$

Como a expressão matemática da função  $x(t)$  nunca é conhecida, o melhor que se pode fazer é estimá-la a partir de um certo número de pontos. Entretanto, os valores pontuais de  $x(t)$  não podem ser encontrados exatamente, pois os pontos são abstrações matemáticas. Na prática, são tomados segmentos a intervalos regulares, tais como, os

incrementos 3, 8, ..., 23, 28, etc. da Figura 3.1. Estes segmentos são partículas contidas entre dois planos paralelos entre si e perpendiculares ou oblíquos à direção do fluxo do transportador de correia e separados por  $\Delta t$ . Posteriormente, seus teores médios, suas massas e suas contribuições à heterogeneidade serão estimados e todo o trabalho subsequente será baseado nestas estimativas.

O problema que se tem a frente é como caracterizar as flutuações da função  $x'(t_q)$  que descreve as propriedades qualitativas e quantitativas do material que passou entre os tempos  $t_q - \Delta t/2$  e  $t_q + \Delta t/2$ . Deve ser observado que apóstrofe do  $x$  indica que seu valor não é real, o qual nunca é conhecido, mas sim uma estimativa. Além disto, as séries ordenadas não devem ser confundidas com as populações estatísticas, como tem sido feito por um grande número de normas técnicas.

A rotina matemática gerada a partir de uma série de estimativas da função  $x'(t_q)$  até a obtenção da variância do erro da amostragem compreende várias etapas de cálculo intermediárias que serão identificadas a seguir. O variograma é a primeira função a ser considerada. Ela caracteriza a heterogeneidade unidimensional do material disposto ao longo de um eixo que pode ser geométrico ou temporal. O variograma é uma função da distância existente entre dois pontos localizados sobre o eixo escolhido. Expressa a correlação entre qualquer par de pontos disposto ao longo do eixo escolhido. Esta ferramenta permite identificar a natureza das causas da variabilidade dos dados originários do controle de qualidade ou do controle de um processo. Vamos supor que  $Q = 60$  incrementos  $I_q$  são tomados em intervalos regulares  $T_0$  durante a passagem do lote L entre o tempo  $t = 0$  e  $t = T_L$  (Figura 3.3).



$$\text{Com: } T_0 = t_2 - t_1 = t_3 - t_2 = \dots = t_q - t_{q-1} = (Q-1) T_0 < T_L$$

Figura 3.3 Representação do lote L através de  $Q = 60$  incrementos  $I_q$ .

Os incrementos  $I_q$  são pesados e analisados e sua heterogeneidade  $h_q = h(t_q)$  é calculada. Para cada valor  $q + j < Q$  é calculado o aumento  $\Delta h_{(q+j, q)}$  da heterogeneidade  $h_q$  entre o tempo de observação final  $t_{(q+j)}$  e o instante  $t_q$  a partir do qual a observação se iniciou. Por definição, tem-se:

$$\Delta h_{(q+j, q)} = h_{(q+j)} - h_q \quad (3.47)$$

Estes dois pontos estão situados sobre o mesmo eixo de tempo e estão separados pelo intervalo  $t(q+j) - tq = j \cdot T_0$ , o qual é chamado de “lag” de todos os pares disponíveis. O que é importante não é valor ou o sinal de cada diferença individual  $h(q+j, q)$ , mas sim a média ao quadrado de cada “lag”. Assim, a função variograma  $\gamma(j, T_0)$ , ou simplesmente  $\gamma(j)$ , é definida como sendo a semi média das diferenças entre os pares de valores elevada ao quadrado.

$$\gamma(j) = \frac{1}{2(Q-j)} \sum_{q=1}^{Q-j} h_{(q+j, q)}^2 \quad (3.48)$$

A seguir é apresentado um exemplo de cálculo do variograma com  $j = 2$ . O “lag”  $j$  igual a dois indica que o eixo de tempo inferior deve ser deslocado em dois intervalos  $T_0$  para a direita (Figura 3.4). Os valores da linha de baixo são subtraídos dos valores imediatamente acima e as diferenças são elevadas ao quadrado. Desta forma:

$$\begin{aligned} h_{(3,1)} &= h_{(1+j)} - h_1 = h_3 - h_1 \\ h_{(4,2)} &= h_{(2+j)} - h_2 = h_4 - h_2 \\ h_{(5,3)} &= h_{(3+j)} - h_3 = h_5 - h_3 \\ &\cdot \\ &\cdot \\ &\cdot \\ h_{(59,57)} &= h_{(57+j)} - h_{57} = h_{59} - h_{57} \\ h_{(60,58)} &= h_{(58+j)} - h_{58} = h_{60} - h_{58} \end{aligned}$$

O número de diferenças  $Q - j$  é igual a 58. Este número é o denominador da média quadrada.

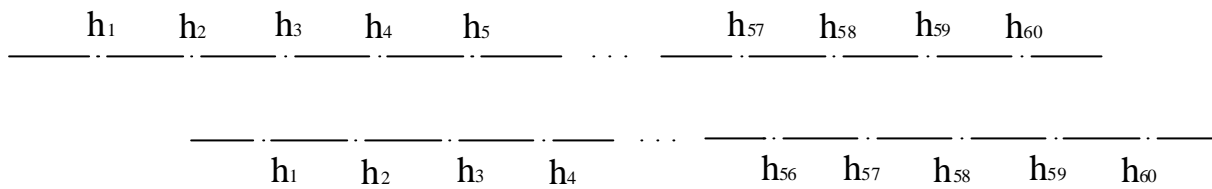


Figura 3.4 Cálculo do variograma com lag  $j = 2$ .

### 3.6.3 Exemplos de variogramas

A seguir serão apresentados alguns exemplos de variogramas retirados de Gy, (1998). O primeiro exemplo mostrado identifica o variograma linear. Este variograma caracteriza a alimentação de uma planta de beneficiamento de urânio (Figura 3.5). Foram tomados 60 incrementos em intervalos de dois minutos. O variograma de  $h_q$  foi calculado para valores de  $j$  variando de um até 30.

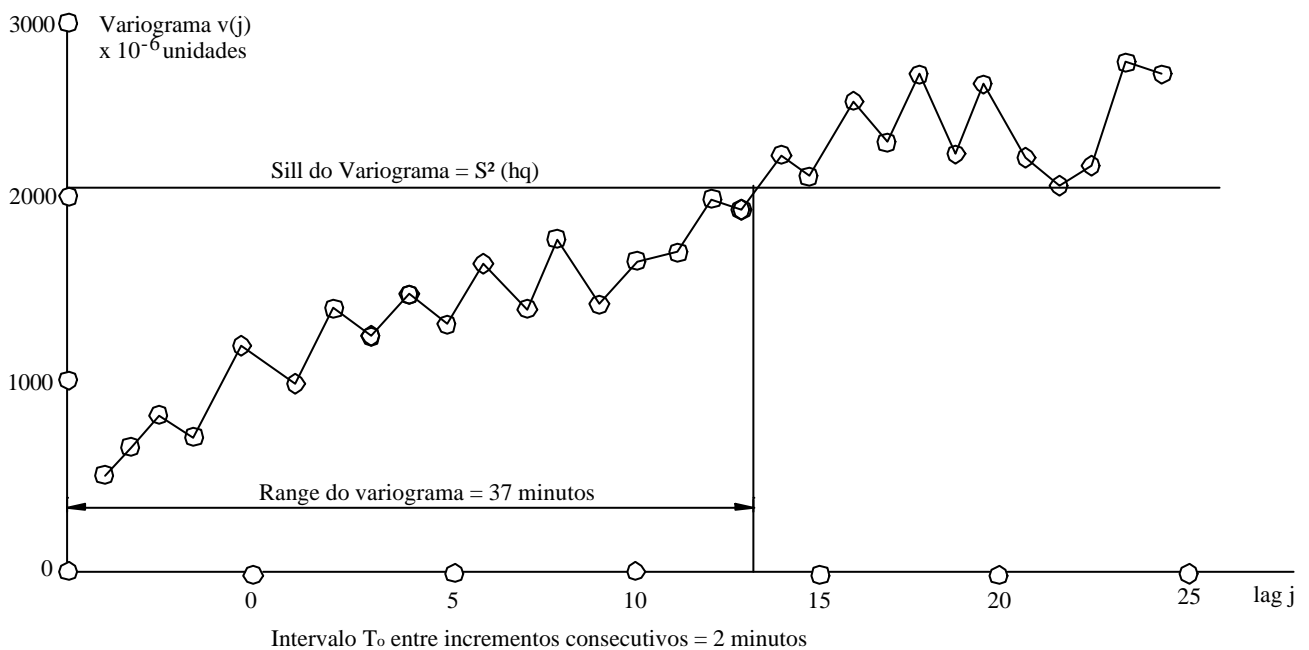


Figura 3.5 Variograma de alimentação de uma planta de beneficiamento de urânio.

Observa-se que o variograma apresenta um comportamento regular. Ele aumenta de forma quase linear para os valores de  $j$  compreendidos entre um e 19. Demonstra a presença de um componente quase aleatório em todos os intervalos. A variância da população de  $h_q$  também é calculada. Esta variância é graficada na forma de uma linha horizontal e é definida por  $v(j) = \text{constante} = s^2(h_q)$ . Esta linha horizontal é chamada de

“sill” do variograma. Ela caracteriza a heterogeneidade global da série. Este seria o valor da variância esperado se os valores não fossem auto correlacionados ou se os mesmos fossem tomados de forma completamente aleatória. O variograma, por sua vez, caracteriza a heterogeneidade seqüencial da série. Até  $j = 18$ , isto é, até  $j.T_o = 36$  minutos, o variograma localiza-se abaixo do “sill”. Depois ele oscila aleatoriamente nas proximidades do “sill”. A abcissa do ponto de interseção entre o variograma e o “sill” é denominada de “range” do variograma. Neste exemplo, o “range” é de 37 minutos. Este é o intervalo de tempo, além do qual, nenhuma correlação entre as observações é encontrada. O último ponto,  $j = 30$ , foi calculado com  $Q - j = 30$  graus de liberdade. Além deste ponto ( $j = 30$ ), a significância dos pontos diminui consideravelmente. Pitard (1998) propôs a seguinte regra: o número de pares  $Q - j$  deve ser maior ou igual a  $Q/2$ , onde  $Q$  é o número de incrementos tomados. A média das diferenças entre os pares elevados ao quadrado é conhecida com precisão somente se o número de pares disponível for suficiente. Então:

$Q - j = 30$  ou mais --- precisão muito boa;

$Q - j = 25$  --- precisão boa;

$Q - j = 20$  --- precisão aceitável;

$Q - j = 15$  --- precisão pobre;

$Q - j = 10$  ou menos --- sem significado.

Observando ainda o variograma da Figura 3.5 nota-se, por definição, que o variograma não apresenta uma estimativa para  $\gamma(j)$  quando  $j$  é igual a zero. Como a estimativa das variâncias da amostragem requerem o conhecimento do valor  $\gamma(0)$ , torna-se importante definir as formas de obtenção deste valor. Este assunto será abordado na seção 3.7.8 deste capítulo.

A Figura 3.6 mostra o variograma das massas dos incrementos tomados na alimentação de um forno de uma fábrica de cimento. Pode ser verificada a natureza marcadamente cíclica do variograma. A taxa de alimentação varia entre valores máximos e mínimos do período  $P$ , o qual é variável, cobrindo de nove a dez intervalos de 2 minutos. O primeiro valor máximo (estimativa de  $P/2$ ) ocorre em  $j = 5$ , o primeiro valor mínimo (estimativa de  $P$ ) ocorre em  $j = 9$ . O segundo valor máximo (estimativa de  $3P/2$ ) ocorre em  $j = 14$ , enquanto que o segundo valor mínimo (estimativa de  $2P$ ) ocorre em  $j = 19$  e assim por diante. Esta série de resultados fornece várias estimativas de  $P$  entre 18 e 20 minutos.

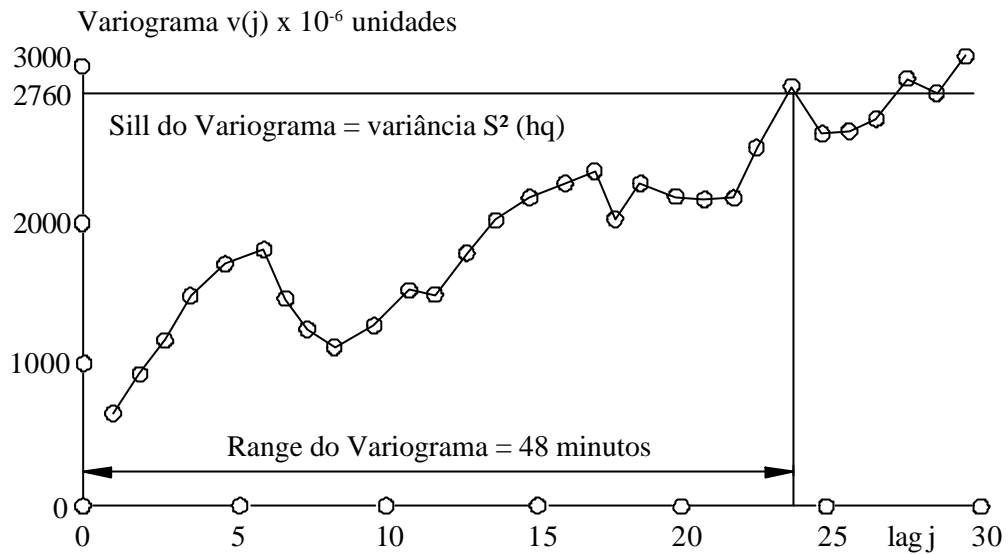


Figura 3.6 Variograma da alimentação de um forno de cimento. A heterogeneidade  $h_q$  está em termos do teor de CaO.

Observando o variograma, pode-se notar que:

- i. as massas dos incrementos não mostraram nenhum padrão de comportamento cíclico;
- ii. o “sill”, não raro, atua de forma assintótica;
- iii. quando as amostras são tomadas, é da maior importância detectar a presença de flutuações cíclicas na qualidade ou na taxa de alimentação. Se as amostras são tomadas no mesmo intervalo  $T_o = P$  em uma onda de natureza senoidal, os incrementos são tomados no mesmo ponto do ciclo, provocando um erro no cálculo da variância da amostra. Esta situação deve ser evitada.

O variograma é uma ferramenta muito útil para a análise e descoberta da presença de um ou mais componentes cíclicos em um fenômeno estocástico.

### 3.6.4 Planejando um experimento variográfico

Quando é efetuado o planejamento de um experimento variográfico é essencial definir de início quais são os seus objetivos. O experimento poderia, por exemplo, estar

relacionado com o projeto de uma instalação de amostragem e isto requer a tomada de duas séries de incrementos:

- i. uma série de 60 a 100 incrementos tomados em um intervalo constante entre 30 segundos a dois minutos. Esta faixa de intervalos de tempo é a mais comumente usada na prática amostral.
- ii. uma segunda série de 30 a 50 incrementos tomados tão próximos quanto possível (um a cinco segundos), com o objetivo de fazer uma estimativa acurada da ordenada  $Z(0)$ .

O experimento também poderia ser empregado para examinar a heterogeneidade longitudinal do lote de material em movimento, com o intuito de verificar o quão bem estaria funcionando uma instalação de blendagem. Neste caso os variogramas são determinados para intervalos de 90 a 120 minutos. Em qualquer caso, é imperativo definir qual é o objetivo do experimento variográfico.

### 3.6.5 Funções auxiliares do variograma

Foi visto que a heterogeneidade de uma série ordenada cronologicamente pode ser caracterizada através do emprego do variograma. O variograma pode ser utilizado também no desenvolvimento de outras funções necessárias para efetivar a estimativa das variâncias de integração da amostragem. Com este objetivo, os seguintes pontos devem ser abordados:

- i. as funções auxiliares do variograma: suas integrais simples e dupla;
- ii. as três formas mais comuns de tomada de incrementos (em termos de intervalo de tempo entre os incrementos);
- iii. as funções de geração de erro;
- iv. a variância de integração associada com cada uma das três formas de tomada de incrementos.

Gy (1992) desenvolveu o processo de cálculo da variância de integração. Este processo se inicia com as séries de observações  $Z(j)$  e é finalizado com a obtenção do valor da variância de integração. Para possibilitar este cálculo foram desenvolvidas quatro funções auxiliares:

- ? a integral simples  $S(j)$  do variograma;
- ? o valor médio  $w(j)$  da integral  $S(j)$ ;
- ? a integral dupla  $S'(j)$  do variograma;
- ? o valor médio  $w'(j)$  da integral  $S'(j)$ .

Por definição, o valor médio  $w(j)$  da integral simples do variograma apresenta a seguinte fórmula:

$$w(j) = \frac{1}{j} S(j) \quad (3.49)$$

Por sua vez, o valor médio  $w'(j)$  da integral dupla do variograma apresenta a seguinte fórmula:

$$w'(j) = \frac{1}{j} S'(j) \quad (3.50)$$

### 3.6.6 Formas dos intervalos de tomada de incrementos

As formas mais usuais dos intervalos de tomada de incrementos de uma série unidimensional são os seguintes (Gy, 1979):

- i. Seleção sistemática (*si*);

Pode ser definida como sendo uma seleção de pontos espaçados por um intervalo uniforme  $T_{si}$ , onde o tempo do primeiro incremento é selecionado de forma aleatória no intervalo compreendido entre  $t = 0$  e  $t = T_{si}$ . É a forma de tomada de incrementos mais largamente empregada na indústria. O intervalo de tempo constante é garantido através do emprego de um temporizador simples e a escolha aleatória do tempo de tomada do primeiro incremento ocorre a partir da



ausência de correlação entre este tempo e as propriedades do material fluído naquele instante.

ii. Seleção Aleatoriamente Estratificada (*st*);

O tempo total  $D_L$  compreendido no intervalo  $t = 0$  e  $t = T_L$ , durante o qual o lote  $L$  passa pelo ponto de amostragem, é subdividido em um número de intervalos uniforme de duração  $T_{st}$ . O objetivo deste tipo de amostragem é evitar o risco da descoberta tardia da presença de flutuações cíclicas. Se este tipo de flutuação ocorrer na amostragem do tipo sistemática, o intervalo  $T_{st}$  funciona como um múltiplo inteiro do período  $P$ . Ao ser efetuado o projeto de uma instalação de amostragem, se existir qualquer desconfiança da existência de flutuações cíclicas no processo que será controlado, a forma de tomada de incrementos escolhida deveria ser a seleção aleatoriamente estratificada.

iii. Seleção Completamente Aleatória (*sa*);

O processo de seleção inicia com a definição do número de incrementos  $Q_{sa}$  a ser tomado. Com a passagem do lote pelo ponto de amostragem os incrementos passam a ser coletados de forma completamente aleatória até que seja atingido o número de  $Q_{sa}$  incrementos. Este tipo de amostragem raramente é empregado.

### 3.6.7 Funções de geração de erro $W(j)$

Seguindo o processo de cálculo da estimativa da variância de integração, as funções auxiliares  $w(j)$  e  $w'(j)$  do variograma são derivadas, obtendo, como resultado da derivação, as funções de geração de erro  $W(j)$ . Estas funções caracterizam as três formas de seleção dos incrementos. Nas séries ordenadas cronologicamente, as funções  $W(j)$  possuem a mesma função da variância  $s^2$  quando é tratada uma população estatística. Em uma amostra composta por  $Q$  incrementos, a variância de integração  $s^2(EI)$  pode ser expressa como  $W(j)/Q$ . Existem três tipos de funções de geração de erro:

i. Função de erro para a *amostragem sistemática*

$$W_{si}(j) = 2w(j)/2 + w'(j) \quad (3.51)$$

ii. Função de erro para a *amostragem aleatoriamente estratificada*

$$W_{st}(j) = w'(j) \quad (3.52)$$

iii. Função de erro para a *amostragem completamente aleatória*

$$W_a = s^2(a) = HD_L = \text{constante} = \text{“sill” do variograma} \quad (3.53)$$

### 3.6.8 Estimativa da ordenada $\gamma(0)$ do variograma

Antes de serem exemplificados os cálculos das funções auxiliares  $w(j)$  e  $w'(j)$  e das funções de erro  $W(j)$ , serão mostradas as formas de estimativa do valor  $\gamma(0)$  do variograma. O tratamento geoestatístico atribui a denominação “efeito pepita” ao valor  $\gamma(0)$ . No caso da amostragem, esta denominação limita severamente a apreciação do que é representado por este valor (Gy, 1998).

Deve ser observado que a ordenada  $\gamma(0)$  é sempre positiva e, o que é ainda mais importante, é o somatório de vários componentes:

- i. a variância do erro fundamental  $s^2(EF)$  gerado durante o período de extração dos incrementos;
- ii. a variância do erro de segregação e grupamento  $s^2(ESG)$  gerada dentro do mesmo período;
- iii. a variância de todos os outros componentes do erro de amostragem;
- iv. a variância dos diferentes erros de amostragem gerados durante os estágios de redução da amostra, desde o agrupamento dos incrementos até a seleção final do material empregado para a execução da análise;
- v. a variância do erro analítico (EA).

A intersecção  $\gamma(0)$  interliga o modelo zero dimensional, constituído pelas variâncias dos erros fundamental ( $EF$ ) e de segregação e grupamento ( $ESG$ ), com o modelo unidimensional, formado pelo erro de integração ( $EI$ ). A estimativa de  $\gamma(0)$  pode ser efetuada de várias formas. No caso dos primeiros constituintes do variograma apresentarem um comportamento regular, é possível efetuar a extrapolação da reta formada pela união destes pontos até a mesma interceptar a ordenada do gráfico. O valor da intersecção será o valor de  $\gamma(0)$ . Se o comportamento dos primeiros pontos do variograma não se apresentar regular, ou se é desejada uma estimativa mais precisa de  $\gamma(0)$ , então é recomendado empregar o método descrito a seguir.

Uma série de, no mínimo, 30 incrementos é tomada a intervalos muito curtos (de um a cinco segundos) ou o mais próximo que as condições locais permitam. A experiência tem mostrado que um transportador de correia parado, não muito longo, nem muito curto (aproximadamente 30 m), seria o equipamento ideal para este fim. As massas a serem tomadas deveriam ser similares às tomadas pelo amostrador industrial. Assim, se a velocidade do transportador de correia fosse de 1 m/s, cada um dos incrementos teria um metro de comprimento. Para o número mínimo de 30 incrementos, a correia deveria possuir um comprimento disponível de 30 metros. Isto é importante, porque não faz sentido comparar variogramas ou populações de amostras cujas massas apresentam diferentes ordens de magnitude. A série de incrementos tomados nesta pequena escala de observação tem o objetivo de estimar o valor de  $\gamma(1)$ . Este valor é considerado como sendo o  $\gamma(0)$  do variograma obtido para a grande escala de observação.

### 3.6.9 Cálculo da integral ponto-a-ponto

A técnica empregada para a realização do cálculo das funções auxiliares  $w(j)$  e  $w'(j)$  é baseada inteiramente na estimativa ponto-a-ponto da integral. Esta técnica é baseada em duas hipóteses:

- i. o variograma passa através de todos os pontos experimentais  $\gamma(j)$  e através das estimativa  $\gamma(0)$ ;
- ii. o variograma consiste de linhas retas ligando estes pontos.

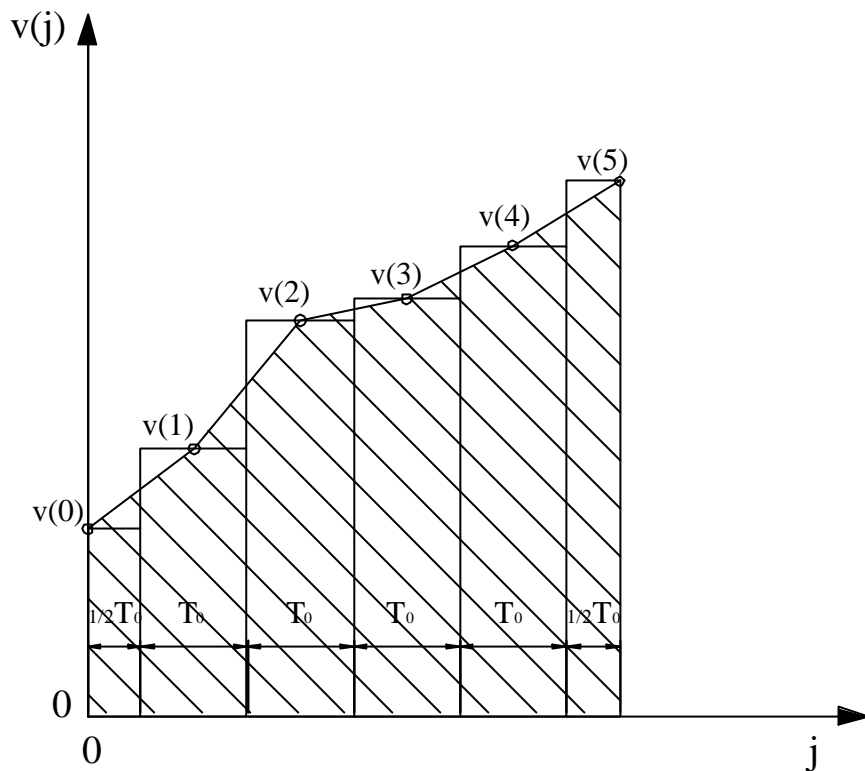


Figura 3.7 Estimativa prática da integral do variograma.

A Figura 3.7 será empregada para exemplificar a técnica mencionada. Assim, de acordo com as hipóteses acima, a integral de  $\gamma(j)$  entre  $j = 0$  e  $j = 5$  é igual a área hachureada formada pela linhas que unem os pontos  $\gamma(j)$  e o eixo da abscissa. Se for plotada a área de influência de cada ponto, a área da figura formada ligando os pontos de  $\gamma(0)$  até  $\gamma(5)$  e a abscissa é estritamente igual a área hachureada.

A última área pode ser escrita como:

$$S' = \frac{1}{2} T_0 \gamma(0) + T_0 \gamma(1) + T_0 \gamma(2) + T_0 \gamma(3) + T_0 \gamma(4) + \frac{1}{2} T_0 \gamma(5)$$

Assim:

$$w' = \frac{1}{5} \int_0^5 \gamma(j) dj = \frac{1}{5} S' \text{ com } w(0) = \gamma(0)$$

Substituindo  $w(j)$  em  $\gamma(j)$ , obtém-se a área  $S'$  e a estimativa  $w'(j)$ .

$$w_j = \frac{1}{5} \sum_{k=1}^5 S_{j+k} \quad \text{com } w_0 = w_1 = \dots = w_5$$

### 3.6.10 Cálculo ponto-a-ponto das funções auxiliares das funções de geração de erro

O primeiro passo para a realização deste cálculo é a estimativa do valor de  $\gamma(0)$ . Para isto deve ser empregado algum dos métodos descritos na seção 3.6.8. O próximo passo recai na execução de interpolações objetivando a determinação dos valores do variograma dos pontos medianos do intervalo do variograma escolhido.

Os seguintes valores são atribuídos:

$$w_0 = w_1 = \dots = w_5$$

Desta forma:

$$S_j = S_{j+1} = \dots = S_5$$

Para os valores de  $j$  maiores ou iguais a um, emprega-se:

$$S_j = S_{j+1} = \frac{1}{2} S_{j+1} + \frac{1}{2} S_{j+2} \quad (3.54)$$

$$w_j = S_j / j \quad (3.55)$$

$$S_j = S_{j+1} = \frac{1}{2} S_{j+1} + \frac{1}{2} S_{j+2} \quad (3.56)$$

$$w_j = 2S_j / j^2 \quad (3.57)$$

Para o cálculo da função de geração de erro  $W(j)$ , também é necessário calcular os valores de  $2w(j/2)$ . Se  $j_o$  é um valor inteiro, então:

$$? \quad j \text{ é par: } j = 2j_o, \text{ portanto } 2w(j/2) = 2w(j_o);$$

$$? \quad j \text{ é ímpar: } j = (2j_o) + 1, \text{ assim } S_{j_o+1/2}^{j_o} \approx S_{j_o}^{j_o} \approx \frac{1}{4} S_{j_o}^{j_o} + \frac{1}{4} S_{j_o+1/2}^{j_o}$$

$$2w^{j_o+1/2} \approx 2S_{j_o+1/2}^{j_o} / S_{j_o+1/2}^{j_o}$$

Os valores de  $S_{(j_o+1/2)}$  e  $S_{(j_o+1/2)}$  são calculados por interpolação linear. A seguir são determinados os valores das funções de geração de erro  $W(j)$ . Será empregada a função de geração de erro característica do tipo de amostragem efetuado. Assim, como visto na seção 3.6.7:

para a *amostragem sistemática*:  $W_{si}^{j_o} \approx 2w^{j_o/2} \approx w^{j_o}$ ;

para a *amostragem aleatoriamente estratificada*:  $W_{st}^{j_o} \approx w^{j_o}$ ;

para a *amostragem completamente aleatória*:  $W_a \approx s^2 \lambda \approx HD_L \approx$  constante = “sill” do variograma.

Finalmente, o valor da função de geração de erro  $W(j)$ , calculado para cada “lag” do variograma ao ser dividido pelo número de incrementos empregados, resulta no valor da variância do erro de integração  $s^2(EI)$ . O cálculo de determinação do Erro de Integração empregando a metodologia apresentada acima é mostrado nas Tabelas 3.4 e 3.5.

*Tabela 3.4 Cálculos das funções auxiliares e funções de geração de erro de um variograma.*

j	V(j)	S(j)	w(j)	S'(j)	w'(j)	2w(j/2)	W <sub>si</sub> (j)	W <sub>st</sub> (j)	W <sub>a</sub> (j)
0	1,950	0,000	1,950	0,000	1,95000	3,90000	Indeterminado		
0,5	2,576	1,288	2,576						
1	3,202	2,576	2,576	1,288	2,57608	5,15217	2,57608	2,57608	18,0500
1,5	4,720	4,936	3,291						
2	6,238	7,296	3,648	6,224	3,11212	5,15217	2,04005	3,11212	18,0500
2,5	8,426	11,509	4,604						
3	10,614	15,722	5,241	17,733	3,94077	6,58159	2,64081	3,94077	18,0500
3,5	11,683	21,563	6,161						
4	12,752	27,405	6,851	39,297	4,91212	7,29630	2,38417	4,91212	18,0500
4,5	12,957	33,883	7,530						
5	13,163	40,362	8,072	73,180	5,85443	9,20740	3,35297	5,85443	18,0500
5,5	13,485	47,105	8,564						
6	13,808	53,847	8,975	120,285	6,68250	10,48147	3,79897	6,68250	18,0500
6,5	14,434	61,064	9,395						
7	15,061	68,282	9,755	181,350	7,40202	12,322	4,91997	7,40202	18,0500
7,5	15,787	76,175	10,157						
8	16,513	84,069	10,509	257,525	8,04765	13,702	5,65474	8,04765	18,0500
8,5	17,295	92,717	10,908						
9	18,078	101,364	11,263	350,241	8,64793	15,059	6,41135	8,64793	18,0500
9,5	17,973	110,351	11,616						
10	17,868	119,337	11,934	460,592	9,21184	16,145	6,93297	9,21184	18,0500
10,5	17,282	127,978	12,188						
11	16,696	136,619	12,420	588,570	9,72843	17,129	7,40054	9,72843	18,0500
11,5	15,701	144,469	12,563						
12	14,706	152,320	12,693	733,039	10,1811	17,949	7,76801	10,18110	18,0500

*Tabela 3.5 Resultados de precisão para cada uma das formas de amostragem.*

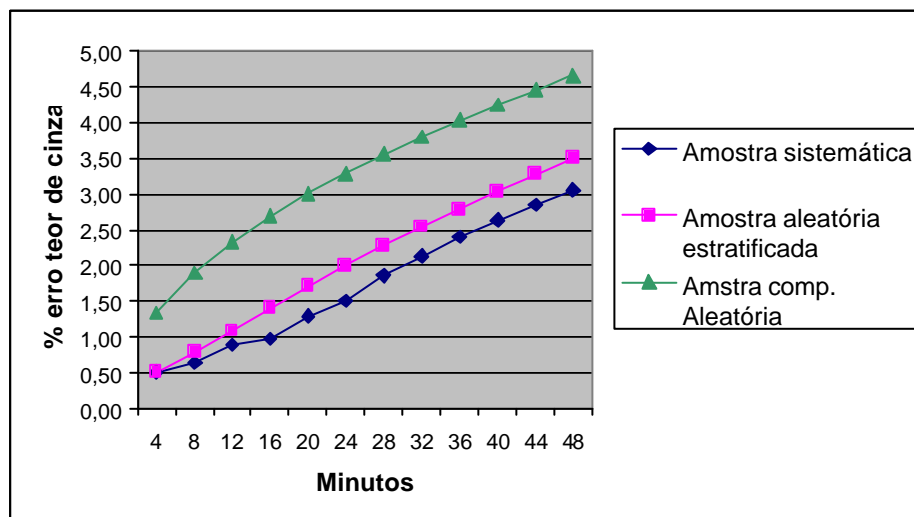
P	T (min)	N <sup>o</sup> inc	Amostragem sistemática			Amostragem aleatoriamente estratificada			Amostragem completamente aleatória		
			s <sup>2</sup> (IE) <sub>si</sub>		S <sub>si</sub> 95%	s <sup>2</sup> (IE) <sub>st</sub>		S <sub>st</sub> 95%	s <sup>2</sup> (IE) <sub>st</sub>		S <sub>st</sub> 95%
			conf.	conf.	conf.	conf.	conf.	conf.			
			Indeterminado			Indeterminado			Indeterminado		
1	4	40	6,440. 10 <sup>-2</sup>	0,2538	0,51	6,440. 10 <sup>-2</sup>	0,2538	0,51	4,513. 10 <sup>-1</sup>	0,67175	1,34
2	8	20	1,020. 10 <sup>-1</sup>	0,3194	0,64	1,556. 10 <sup>-1</sup>	0,3945	0,79	9,025. 10 <sup>-1</sup>	0,95000	1,90
3	12	13	1,981. 10 <sup>-1</sup>	0,4450	0,89	2,956. 10 <sup>-1</sup>	0,5437	1,09	1,354	1,16351	2,33
4	16	10	2,384. 10 <sup>-1</sup>	0,4883	0,98	4,912. 10 <sup>-1</sup>	0,7009	1,40	1,805	1,34350	2,69
5	20	8	4,191. 10 <sup>-1</sup>	0,6474	1,29	7,318. 10 <sup>-1</sup>	0,8555	1,71	2,256	1,50208	3,00
6	24	7	5,698. 10 <sup>-1</sup>	0,7549	1,51	1,002	1,0012	2,00	2,708	1,64545	3,29
7	28	6	8,610. 10 <sup>-1</sup>	0,9279	1,86	1,295	1,1381	2,28	3,159	1,77729	3,55
8	32	5	1,131	1,0635	2,13	1,610	1,2687	2,54	3,610	1,90000	3,80
9	36	4	1,443	1,2011	2,40	1,946	1,3949	2,79	4,061	2,01525	4,03
10	40	4	1,733	1,3165	2,63	2,303	1,5176	3,04	4,513	2,12426	4,25
11	44	4	2,035	1,4266	2,85	2,675	1,6356	3,27	4,964	2,22795	4,46
12	48	3	2,330	1,5266	3,05	3,054	1,7477	3,50	5,415	2,32702	4,65

Os valores das tabelas foram obtidos a partir do variograma do teor de cinzas do produto CE4700 produzido por uma planta de beneficiamento de carvão. O variograma representa as variações existentes entre os incrementos tomados em intervalo de quatro minutos durante 160 minutos de operação da planta. Foram totalizados 40 incrementos. O

valor do sill do variograma é igual a 18,05 (valores absolutos). A Tabela 3.4 apresenta os valores do cálculo das funções auxiliares do variograma e das funções de geração de erro. A Tabela 3.5 mostra os valores da variância, desvio padrão relativo, desvio padrão absoluto e a precisão do erro de integração para cada uma das formas de coleta de incrementos. Verifica-se que na medida em que se reduz o número de incrementos tomados aumenta a variância do erro de integração e, por conseguinte, diminui a precisão. Observa-se também que a precisão para um mesmo número de incrementos coletados é maior para a amostragem sistemática, diminuindo na amostragem aleatoriamente estratificada e apresenta os menores valores para a amostragem completamente aleatória.

O gráfico da Figura 3.8 mostra as curvas de precisão (nível de confiança igual a 95%) em função do número Q de incrementos tomados ao longo do período de duas horas de amostragem para cada um dos três tipos de seleção. Pode ser observado que para obter uma precisão de +/- 1,10 % de cinzas, devem ser tomados os seguintes números de incrementos dentro do período considerado:

- ? modo sistemático: 10 incrementos em intervalo uniforme de 16 minutos;
- ? modo aleatoriamente estratificado: 14 incrementos à intervalo de 11 minutos;
- ? modo aleatório: mais de 40 incrementos dentro do período de 160 minutos.



*Figura 3.8 Intervalo de tempo necessário para obtenção da reprodutibilidade para diferentes formas de tomada de amostras.*



### 3.7 Variograma e a autocorrelação

A autocorrelação dos dados é um fator muito importante quando um material de comportamento estocástico é amostrado. As estimativas das variâncias de integração podem apresentar valores de duas a três vezes mais altos, caso a autocorrelação seja negligenciada e os dados ordenados cronologicamente sejam tratados como populações estatísticas simples (Gy, 1998). Isto será ilustrado com a seguinte situação:

- um variograma real  $\gamma(j)$  obtido da caracterização de um lote de carvão;
- os valores da heterogeneidade de composição  $h(t)$  são redistribuídos de forma aleatória, destruindo a autocorrelação da série e tornando-a aleatória;
- o variograma  $\gamma'(j)$  dos valores  $h'(t)$  não autocorrelacionados é calculado afim de permitir a realização da comparação com o variograma de série autocorrelacionado;
- os variogramas de  $\gamma(j)$  e  $\gamma'(j)$ , juntamente com as suas funções de geração de erro  $W_{si}(j)$  e  $W_a(j)$  são mostradas na Figura 3.9.

A variância é proporcional às funções de geração de erro como mostra o exemplo da Figura 3.9. Neste exemplo, pode ser visto que a função de geração de erro da amostragem aleatória é, por definição, constante e igual ao “sill” de ambos os variogramas (sill =  $2144 \cdot 10^{-6}$ ), enquanto que na amostragem do tipo sistemática, a função de geração de erro cresce de 550 até  $1200 \cdot 10^{-6}$ , isto é de 3,9 a 1,8 de vezes menor que o sill.

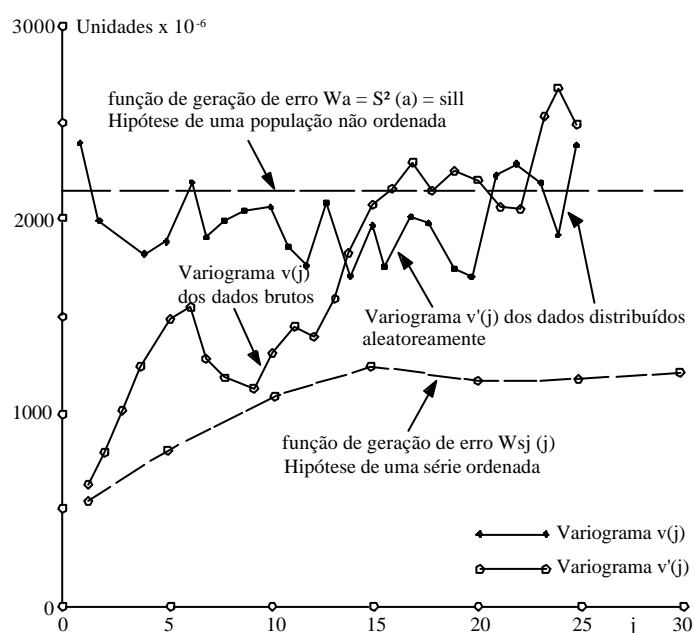


Figura 3.9 Influência da autocorrelação sobre uma série ordenada.

Verifica-se que é muito mais econômico empregar os modos sistemático e aleatoriamente estratificado, mantendo a mesma precisão do modo aleatório. Embora a maioria das normas técnicas definam o emprego da amostragem completamente aleatória, o comportamento estocástico existente nas séries ordenadas cronologicamente deve ser considerado. Como consequência, a autocorrelação apresentada pelos incrementos faz com que o número total de incrementos tomado pelos modos sistemático ou estratificado possa ser reduzido, mantendo-se a mesma precisão e reduzindo os custos da amostragem.

### **3.8 Erro total da amostragem**

O erro total da amostragem é o somatório das variâncias dos vários erros abordados nos capítulos dois e três. A Figura 3.10 ilustra os vários erros existentes, que somados determinam o erro total da amostragem. Deve ser lembrado que os erros de delimitação, extração e preparação da amostra podem e devem ser eliminados do processo de amostragem. Isto é obtido através do dimensionamento correto do equipamento de amostragem e preparação de amostras, através da execução de uma manutenção adequada e através de cuidados tomados durante o processo de preparação da amostra.

O sucesso destas medidas garantem a obtenção da acuracidade da amostragem. Os outros erros devem ser minimizados, na medida em que as necessidades contratuais ou de controle de processo assim o exijam. Desta forma, o protocolo de amostragem pode ser concebido e dimensionado de acordo com a precisão exigida ou desejada. Este protocolo depende fundamentalmente da variabilidade existente entre as partículas e grupos de partículas que compõem o lote, mas também depende da forma de seleção adotada, das quantidades de massa/granulometria empregadas desde a amostragem até a obtenção da amostra para análise.

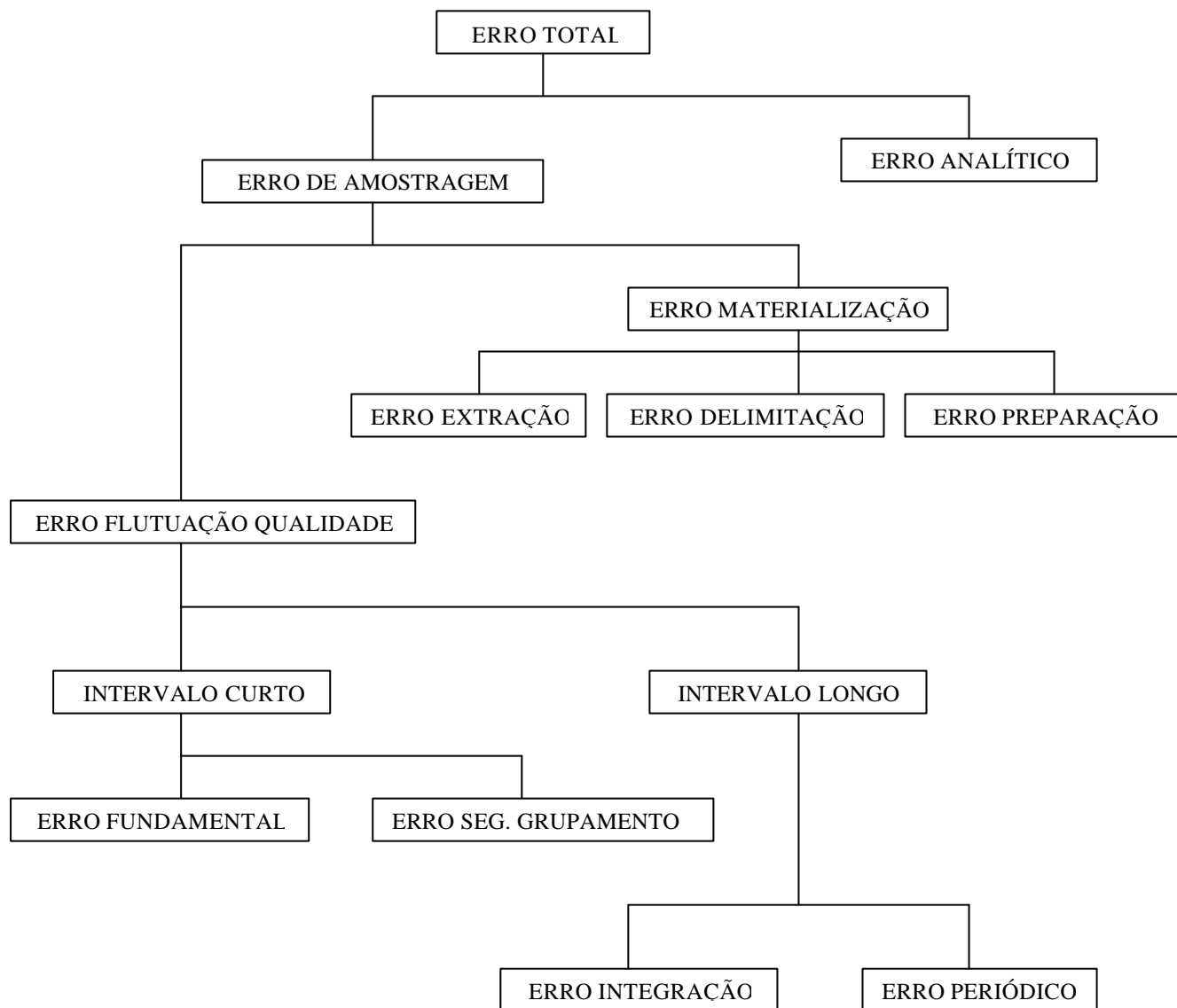


Figura 3.10 Distribuição dos erros de amostragem.

### 3.9 Verificação do erro sistemático na amostragem

Embora alguns autores (Corriveau e Laurila, 1995) e algumas normas técnicas abordem o assunto propondo métodos para a medição da acuracidade do sistema de amostragem, existem autores (Gy,1992 e Pitard, 1997) que entendem que a medição dos erros sistemáticos não é a forma mais adequada para a detecção e solução do problema.

A metodologia de verificação dos erros sistemáticos está baseada na tomada de uma série de pares de incrementos representando essencialmente o mesmo combustível. Um componente do par de incrementos é tomado através do sistema em cheque. O outro

componente do par é amostrado através de um método de referência. É determinada a diferença entre os resultados para cada par coletado. Por fim, a série de diferenças é submetida ao tratamento estatístico, o qual indica a existência ou não do erro sistemático. O método padrão usualmente empregado é o da tomada de incrementos através de um gabarito colocado sobre o transportador de correia quando esta estiver parada. É um procedimento caro, porque além de envolver uso de mão de obra, necessita paralisar o processo produtivo durante o período de retirada da amostra.

A escolha de uma estratégia correta de amostragem é uma necessidade. Esta estratégia sempre deve envolver a tomada de uma amostra equiprobabilística, onde toda e qualquer partícula do lote possui a mesma probabilidade de pertencer à amostra. Esta condição permite que sejam criadas condições corretas estruturalmente, as quais, uma vez obtidas, garantem a obtenção da acuracidade.

Relembrando o que já foi comentado no capítulo 2, uma propriedade é dita ser estrutural quando ela segue necessariamente uma série de condições passíveis de serem controladas e atendidas. Podem ser citados como exemplo: as características do amostrador, o protocolo de amostragem, uma norma técnica, etc. Cada um destes exemplos pode ser considerado como sendo uma estrutura. Por outro lado, uma propriedade é dita ser circunstancial quando a mesma depende de condições não controláveis, tais como: a composição do material a ser amostrado, a acuracidade da amostragem. Nestes casos tem-se uma conjectura.

Uma amostragem correta é sempre acurada, embora o contrário não seja verdadeiro. Uma amostragem incorreta, ao ter a sua acuracidade medida, pode ser muito acurada hoje, positivamente errada amanhã e negativamente errada na semana que vem. O mais indicado para o controle da correção da amostragem é a inspeção efetuada por um especialista. Suas conclusões são estruturais, ou seja, elas são válidas hoje e permanecem válidas indefinidamente até o momento em que a estrutura seja alterada. Além disto, esta ação é rápida, barata e não interfere com a produção. Toda vez que é detectada alguma incorreção deve ser buscada uma solução para o problema.

O controle e medição da acuracidade da amostragem conduzem a conclusões circunstanciais, portanto não confiáveis. As conclusões podem ser válidas hoje, mas não podem ser generalizadas para o futuro. Adicionalmente, se esta metodologia efetivamente detectasse os erros sistemáticos, ela não seria capaz de explicar o porque da falta de acuracidade. Muito poucas pessoas insistem na necessidade de controlar a correção da amostragem e em mostrar a fraqueza do controle da acuracidade da amostragem. A razão

para este fato pode ser o elevado número de normas técnicas existente no mundo, as quais recomendam o controle da acuracidade da amostragem sob o nome de “Testes de Erros Sistemáticos” ou “Bias Test” na língua inglesa, ignorando a noção da correção da amostragem (Pitard, 1997).

O projetista de um sistema de amostragem não possui nenhum controle sobre a acuracidade da amostragem, o que é secundário. Tudo o que ele pode fazer é projetar um sistema de amostragem correto ou incorreto. A teoria da amostragem mostra que:

- i. um equipamento de amostragem correto sempre gera amostras acuradas;
- ii. um equipamento de amostragem incorreto usualmente gera amostras com erros sistemáticos.

Conclui-se que a correção da amostragem é suficiente e, para todos os fins práticos, uma condição necessária da acuracidade.

## **Capítulo 4**

# **Método de verificação da equidade das determinações entre dois laboratórios**

Este capítulo apresenta um método para verificar e quantificar a existência de erros sistemáticos apresentados pelos processos de monitoramento da qualidade realizados por dois laboratórios. O capítulo está dividido da seguinte forma: introdução; noções de equidade e encerra com uma apresentação sobre a discrepância entre duas séries de estimativas independentes.

### **4.1 Introdução**

A comercialização de minérios está usualmente associada com grandes massas de material e grandes quantias de dinheiro. Isto faz com que a comercialização esteja normalmente atrelada a contratos que regulam as características de qualidade, com penalizações para os casos de não atendimento destas características. Assim, os mineradores devem controlar a qualidade de seu produto para evitar a aplicação destas penalidades financeiras. Além disto, o controle de qualidade também é importante para o produtor, porque os resultados obtidos são fundamentais para o controle e a otimização do seu processo de produção. Já para o comprador do minério, o controle de qualidade é importante porque permite conhecer a qualidade do bem que está sendo adquirido e assim verificar se a qualidade do minério está correspondendo ao que está acordado em contrato. Este conhecimento pode ser baseado somente nas informações do produtor, ou, como é o caso da maioria dos grandes contratos, ser baseado nos dados de qualidade obtidos pelo próprio consumidor.

Como já foi visto, os processos de controle de qualidade, especialmente a amostragem e a preparação de amostras, são fontes potenciais de geração de erros, tornando-se comum a ocorrência de discrepâncias entre os resultados obtidos pelas partes (produtor e consumidor). Por

outro lado, a maioria das pessoas responsáveis pelas operações e procedimentos de controle de qualidade baseia-se quase que cegamente nos procedimentos definidos pelas associações de normas técnicas. Infelizmente, as normas técnicas existentes não prevêm a ocorrência de erros e, muito menos, propõem formas de medi-los. A amostragem e a preparação de amostras são operações freqüentemente negligenciadas até por alguns laboratórios consagrados e certificados.

Como conseqüência, as discrepâncias entre os resultados do controle de qualidade dos lotes de minério comercializados são resolvidas através de acordos de caráter puramente comercial e não técnico. Na maioria das vezes, não reflete a qualidade real comercializada e que usualmente acaba favorecendo o lado mais forte.

Entendemos que para resolver esta situação o mais correto seria modificar as normas técnicas de amostragem e preparação existentes, afim delas apontarem para soluções embasadas em fundamentos corretos. Os contratos de comercialização deveriam prever faixas de aceitação onde o erro existente entre os laboratórios seria medido e limitado a valores aceitáveis por ambas as partes. A medição do erro entre os resultados encontrados pelo produtor e o comprador se daria através da utilização de técnicas estatísticas. Em caso da existência da concordância entre os resultados obtidos por cada uma das partes, o resultado para o lote seria obtido através da média aritmética dos dois resultados, por exemplo. Em caso de discordância, todo o processo de controle de qualidade de ambas as partes deveria ser auditado, a fim de se determinar onde e o que está errado.

## **4.2 Noções de qualidade**

As diferenças de resultados encontrados pelos laboratórios do minerador e do consumidor são devidas:

- i. ao erro aleatório, o qual é função da variabilidade do minério;
- ii. ao erro sistemático, o qual é devido aos problemas de dimensionamento, operação ou manutenção do sistema de amostragem e de preparação de amostras ou mesmo a má fé de quem pratica ou é responsável por estas operações;

- iii. a ambos os tipos de erro (i.) e (ii.).

O procedimento de controle de qualidade é dito ser equitativo quando a média dos erros de vários lotes tende a zero, ou seja, o controle de qualidade não deve possuir erros sistemáticos ou tendenciosos. Isto se aplica especialmente à amostragem e à preparação de amostras. Nos contratos de longa duração, o erro aleatório pode ser praticamente desconsiderado. Assim, o comprador pagará exatamente pelo que está sendo entregue e o interesse de ambas as partes estará sendo respeitado.

No caso do controle de qualidade não ser equitativo, a média dos erros entre os laboratórios não tende a zero, ou seja, existe um erro sistemático e uma das partes está se beneficiando disso. Como existem vultuosas somas de dinheiro envolvidas, o mais aconselhável seria eliminar todas as fontes de geração de erros sistemáticos na amostragem e na preparação de amostras. A erradicação destes erros pode ser preventiva ou curativa, segundo Gy (1979):

- i. nunca devemos empregar métodos de amostragem não probabilísticos, como por exemplo: amostragem manual com uso de pá. Neste caso, o negócio é prejudicado porque o dinheiro perdido é muito maior que o investimento economizado na não aquisição de um sistema de amostragem probabilístico;
- ii. comprador ou produtor, nunca deve assinar contratos de acordo com os quais as amostras válidas são obtidos pela outra parte, a menos que se esteja absolutamente certo que as instalações de amostragem a serem empregadas foram corretamente projetadas e são bem mantidas e que os seus interesses não serão prejudicados. Porém, nunca devemos esquecer que existem formas incorretas de utilização de equipamentos de amostragem corretos.

As únicas formas de se ter certeza de que os interesses estão protegidos são:

- i. possuir suas próprias instalações de pesagem e amostragem. As mesmas devem ter sido projetadas e avaliadas por um especialista em amostragem;
- ii. evitar a assinatura de contratos onde os seus direitos não sejam estritamente equivalentes ao da outra parte;
- iii. a concordância ou não de seus resultados com a da outra parte deve ser medida a partir do emprego de dois sistemas de amostragem diferentes. A prática adotada em



muitos contratos de checar as diferenças entre os resultados de sub-amostras obtidas por um único sistema de amostragem deve ser evitada. Este procedimento é insuficiente, pois somente mede as diferenças de preparação da amostra e de análise. As discrepâncias existentes na amostragem não são checadas;

- iv. implementar um método estatístico como o descrito na seção 4.3 para verificar se existe uma diferença sistemática entre as partes e, em caso positivo, se ela é menor que o valor máximo acordado pelas partes.

### **4.3 Teste da discrepância entre duas séries de estimativas independentes**

Dois laboratórios, um para controlar a qualidade dos lotes que serão entregues e, outro para controlar as qualidades dos mesmos lotes quando recebidos, geram duas séries de estimativas. Para verificar se os resultados encontrados por estes laboratórios apresentam ou não erros sistemáticos nos processos de amostragem, preparação e análise são empregadas ferramentas de análise estatística. A análise estatística realizada está fundamentada no teste de hipóteses utilizando a distribuição  $t$  de Student-Fisher (SF) (Kazmier, 1982).

#### **4.3.1 Teste de Student-Fisher**

O teste de Student-Fisher pode apresentar um resultado positivo ou negativo. A hipótese testada é *positiva* quando a mesma é rejeitada. A hipótese é *negativa* quando a mesma não pode ser rejeitada, porém isto não quer dizer que a mesma deva ser aceita. A seguir serão apresentadas algumas definições e alguns conceitos relativos ao teste de Student-Fisher.

A *certeza* somente ocorre quando as conclusões tiradas do teste de SF são absolutamente certas. Na prática isto ocorre raramente. Assim, quando o risco de estar errado é menor que 1 %, foi convencionado que existe a *certeza prática*. Por sua vez, a *presunção séria* ocorre quando o

risco de estar errado é inferior a 5 %. Quando nem a certeza prática, nem a presunção séria são alcançadas, deve-se falar da *incerteza*. Neste caso, é aconselhável que os testes de SF tenham continuidade até que a certeza prática ou a presunção séria sejam alcançadas.

Outros conceitos importantes são os que tratam da concordância e da discordância entre duas séries de estimativas. Não se pode emitir uma conclusão a partir de uma única série de estimativas. A concordância entre duas séries de estimativas ocorre quando existe a certeza prática de que a diferença sistemática  $D$  entre as duas séries é (em valor absoluto) menor ou igual a uma certa diferença sistemática tolerada  $D_A$ . A discordância ocorre quando existe a certeza prática de que  $D$  é (em valor absoluto) maior do que  $D_A$  i.e.,  $|D| > D_A$ . Assim, existe uma concordância entre as partes (comprador e produtor) de que pode existir uma diferença entre as suas medidas, porém esta diferença não pode ultrapassar o valor acordado  $D_A$ .

Quando um teste estatístico é implementado, podem ocorrer dois tipos de riscos de erro de avaliação, os quais são denominados  $\alpha$  e  $\beta$ . O *risco alfa* ( $\alpha$ ) é o risco que ocorre quando a hipótese testada está em conformidade com a verdade (desconhecida), porém o resultado encontrado para o teste é positivo, ou seja, a hipótese é rejeitada. O *risco beta* ( $\beta$ ) é o risco que se dá quando a hipótese testada está errada, porém o teste se mostra negativo. Em consequência a hipótese é aceita como verdadeira.

A distinção entre estes dois tipos de risco é capital. Cada um destes tipos de riscos pode ser aceito com níveis de probabilidade diferentes, ou seja, 99 % de certeza para o caso da certeza prática e 95 % de certeza para o caso da presunção séria.

### 4.3.2 Implementação do teste de Student-Fisher

Antes de ser implementado o teste de SF é importante definir as variáveis que fazem parte do teste, quais sejam:

- ☞  $L_n$  é o  $n$ ésimo lote de um certo bem mineral em um determinada série ( $n=1, 2, \dots, N$ );
- ☞  $X$  é a característica a ser estimada: teor, peso, etc.;
- ☞  $x_n$  é o valor real e desconhecido de  $X$  no lote  $L_n$ ;

- ☞  $y_n$  e  $z_n$  são estimativas de  $x_n$  obtidas por  $Y$  e  $Z$  respectivamente;
- ☞  $d_n$  é a diferença algébrica :  $y_n - z_n$ ;
- ☞  $D$  é a média verdadeira (desconhecida) da distribuição da variável aleatória  $d_n$ . É a diferença sistemática existente entre as estimativas obtidas pelos sistemas  $Y$  e  $Z$ ;
- ☞  $\sigma^2$  é a variância real (desconhecida) da distribuição  $d_n$ ;
- ☞  $D_N$  é a estimativa de  $D$ , obtida de uma série de  $N$  tentativas;
- ☞  $S_N^2$  é a estimativa não tendenciosa de  $\sigma^2$  obtida de uma série de  $N$  tentativas usando:

$$S_N^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{n=1}^N d_n^2 - D_N^2 \quad (4.1)$$

- ☞  $w_N$  é uma variável aleatória que segue a distribuição  $t$  de Student

$$W_N = D_N \sqrt{\frac{N}{S_N}} \quad (4.2)$$

Quando duas séries de estimativas têm a sua concordância verificada, é observado em primeiro lugar se a diferença  $D$  entre as séries é igual ou não a zero. Assume-se que a verdade (desconhecida) esteja em conformidade com a hipótese ( $H$ ),

$$H : D = 0 \quad (4.3)$$

assim a variável aleatória  $w_N$  segue a distribuição  $t$  de Student-Fisher com  $v = N - 1$  graus de liberdade. Pode-se chamar de  $t_{v,\alpha}$  o valor da função  $t$  de SF com  $(N - 1)$  graus de liberdade, a qual é excedida com uma probabilidade simétrica igual a  $\alpha/2$  (Gy, 1979). Então, assumindo que a hipótese  $H$  seja verdadeira temos:

$$\text{Prob}\{W_n \leq t_{v'}\} \text{ e } \text{Prob}\{W_n \geq t_{v'}\}$$

?

O valor  $t_N = t_{v'}$  (???) pode ser encontrado em tabelas estatísticas sob o valor de probabilidade cumulativa igual a 0,99 (Kazmier,1982).

Os passos a serem seguidos para a execução do teste de Student-Fisher são os seguintes:

- i. coletar os dados  $y_n$  e  $z_n$ ;
- ii. calcular a diferença algébrica  $d_n = y_n - z_n$ ;
- iii. computar a diferença  $D_N$  da população de  $N$  diferenças  $d_n$ :  $D_N = 1/N \sum d_n$ ;
- iv. calcular o desvio padrão  $s_N$  da mesma população;
- v. calcular  $w_N$ ;
- vi. compara  $w_N$  com  $t_N$ .

Em qualquer ponto  $N$  do teste surgem duas possibilidades:

- i.  $w_N > t_N$ : o teste é *positivo*, ou seja, existe uma certeza prática de que  $D$  é diferente de zero. O sinal de  $D$  é o mesmo de  $D_N$ . Existe uma chance de 99% de termos a existência de um erro tendencioso. A conclusão é obtida com o risco de 1% de estar errada;
- ii.  $w_N < t_N$ : o teste é *negativo*, ou seja, o estado de incerteza permanece e seria um grande erro concluir que  $D = 0$ , como muito frequentemente ocorre. Assumamos que  $D$  seja igual a  $\delta$ , sendo  $\delta$  um valor muito pequeno e diferente de zero. O teste não consegue distinguir as hipóteses:

$$H_1: D = \delta \text{ e } H_2: D = 0 \quad (4.4)$$

O risco que se incorre quando conclui-se que  $D = 0$ , enquanto  $D = \delta \neq 0$  não é o risco de 1%, mas o risco  $\alpha = 1 - 0,99 = 0,01 = 1\%$ , o que, em termos de risco, é bastante diferente. Ninguém pode emitir qualquer conclusão nesta situação, pois existem duas possibilidades:

- i.  $D$  realmente ser zero;
- ii.  $D$  ser diferente de zero, mas o número  $N$  ser pequeno demais.

Assim, para que o teste de SF nos dê a certeza desejada, devem ser obtidos mais dados. No caso das partes acordarem um valor limite tolerável ( $D_A$ ) para a diferença entre as estimativas, pode ser efetuada a verificação da existência da certeza prática de que  $?D?$  é menor, ou não, do que  $?D_A?$ . Neste caso, surge a formulação de uma nova hipótese:  $H' = ?D' = 0?$ , onde  $D' = ?D? - D_A$ , ou seja,  $?D? = D_A$ . O teste é realizado exatamente do mesmo modo empregado para a hipótese  $H$ . Assumindo que  $H'$  está em conformidade com a verdade desconhecida, sabe-se que a variável aleatória  $w'_N$  segue a distribuição de SF com  $N-1$  graus de liberdade.

$$W'_N = D'_N \sqrt{\frac{N}{S_N}} \quad (4.5)$$

onde  $D'_N = ?D? - D_A$ .

O teste de Student-Fisher continua, a partir do passo (vi), da seguinte maneira:

- vii. calcular a diferença  $D'_N = ?D_N? - D_A$ ;
- viii. calcular  $w'_N$ ;
- ix. comparar  $?w'_N?$  com  $t_N$ .

Dois possibilidades podem ocorrer :

a.  $?w'_N? > t_N$  o teste complementar é positivo. Existe a certeza prática de que  $D'$  é diferente de zero e que o sinal de  $D'$  é o mesmo de  $D'_N$ .  $D'_N > 0$ , esta possibilidade existe somente quando o teste preliminar for positivo. Então,  $D' = ?D? - D_A > 0 ? ?D? > D_A$ .

- Se  $D_N > 0$  : as estimativas de  $Y$  são sistematicamente maiores que as estimativas de  $Z$  e a diferença é maior que  $D_A$ .
- Se  $D_N < 0$  : as estimativas de  $Y$  são sistematicamente menores que  $Z$  e a diferença é maior que  $D_A$ .

Nos dois casos acima se conclui que existe uma certeza prática de que existe algo de errado em alguma etapa do processo de controle de qualidade numa ou em ambas as partes. Se isto

ocorrer, ambos os sistemas ( $Y$  e  $Z$ ) deveriam ser vistoriados com o objetivo de identificar as causas e suprimi-las.

$$D'_N < 0, \text{ ou seja, } D' = \bar{D} - D_A < 0 \Rightarrow \bar{D} < D_A.$$

Neste caso existe a certeza prática de que, se existe discordância entre as estimativas de  $Y$  e de  $Z$ , a discordância é menor que a diferença tolerada  $D_A$ . O resultado válido deveria ser a média aritmética das duas estimativas para os  $N$  lotes testados.

Deve ser observado que, embora as propriedades estatísticas de  $D$  sejam constantes em curtos espaços de tempo, elas não são necessariamente estáveis sempre. Ou seja, não se pode concluir que se  $D$  é menor que  $D_A$  hoje,  $D$  será menor sempre. Desta forma para termos certeza da performance do controle de qualidade de ambas as partes, o teste estatístico deve ser continuamente realizado.

b.  $\bar{w}'_N < t_N$  o teste complementar é negativo. Neste caso não se pode concluir nada sobre a diferença de  $\bar{D}$  em relação a  $D_A$  e o teste deve prosseguir com a obtenção de mais dados até que alguma conclusão possa ser tirada, ou seja, até que  $\bar{w}'_N$  seja maior do que  $t_N$ .

### 4.3.3 Exemplos da implementação do teste de Student-Fisher

A fim de proporcionar uma compreensão melhor do teste de Student-Fisher serão apresentados dois casos práticos:

- ? análise dos resultados de umidade do carvão CE3100 executados pelos laboratórios da Copelmi na Mina do Recreio (produtor) e da Gerasul na Unidade Termoelétrica de Charqueadas (consumidor);
- ? análise dos teores de cinzas controlados pela Copelmi (produtor) e pela Riocell (consumidor) no carvão CE5200.

- i. Análise dos resultados de umidade do carvão CE 3100

O trabalho de verificação da equidade dos resultados de determinação do teor de umidade entre os laboratórios da Copelmi e da Gerasul teve como base a obtenção de uma amostra coletada pelo amostrador automático localizado nas instalações da Gerasul. Cada amostra coletada correspondeu ao abastecimento de um dia da usina termoeletrica. A amostra foi dividida em duas sub-amostras, uma sendo destinada a Gerasul e a outra para o laboratório da Copelmi. Foram realizados vinte e três testes. O teste de equidade entre os resultados não levou em consideração a amostragem, porque a umidade total do lote é um parâmetro que varia no tempo em função das condições climáticas e de armazenamento. Desta forma, para este tipo de parâmetro tornou-se desaconselhável efetuar a comparação dos amostradores. Os resultados dos testes e os resultados dos cálculos executados seguindo o método de verificação da equidade são vistos na Tabela 4.1.

Pode-se verificar que a hipótese  $H_0: D = 0$  apresentou um resultado negativo, ou seja,  $w_N < t_N$ . Neste caso, conforme já visto anteriormente, não se pode rejeitar a hipótese e, ao mesmo tempo, não se pode concluir que o controle de qualidade (preparação da amostra e análise) não apresente erro sistemático. Para ter-se certeza de que existe ou não erro sistemático de algum ou de ambos os laboratórios deveriam ser coletados mais dados.

As colunas  $D'_1$ ,  $D'_2$  e  $D'_3$  foram empregadas para a realização de testes complementares, onde foram definidas as seguintes tolerâncias 0,2%; 0,5% e 0,8%, respectivamente. A coluna  $w'_1$  mostra que, para todos os ensaios executados, o teste foi negativo. Assim, estatisticamente não existe a certeza necessária para propiciar a conclusão de que a diferença entre os ensaios realizados pelos laboratórios seja tolerável, ou seja, inferior a 0,2% de umidade. O mesmo ocorreu para os testes realizados para a tolerância de 0,5% de umidade. Nestes casos, deveriam ser buscados mais dados, a fim de possibilitar a obtenção da certeza prática, para então ser emitida uma conclusão.

Por outro lado, se a tolerância acordada entre as partes fosse de 0,8%, observa-se que a partir do décimo terceiro ensaio o valor de  $w'$  passa a ser maior que o valor do t de Student. O teste é positivo e a hipótese  $H_0: D = 0$  deve ser rejeitada. Como o valor de  $D'$  deste teste é menor zero, existe a certeza prática de que a discordância entre a Copelmi e a Gerasul, caso exista, é inferior ao valor acordado como tolerável. Assim, o resultado de umidade a ser considerado deveria ser a média aritmética das determinações de ambos os laboratórios.

*Tabela 4.1 Verificação da equidade dos resultados do teor de umidade entre Copelmi e Gerasul.*

---

Teor de umidade	Tolerância = 0,20 0,50 0,80
-----------------	-----------------------------

N	Copelmi	Gerasu I	d	D	D'1	D'2	D'3	s	w	w'1	w'2	w'3	t
1	13,00	13,74	0,74	0,740	0,540	0,240	0,060	-	-	-	-	-	-
2	13,50	13,82	0,32	0,530	0,330	0,030	0,270	0,297	2,524	1,571	0,143	1,286	31,82
3	14,70	13,76	0,94	0,040	0,160	0,460	0,760	0,874	0,079	0,317	0,911	1,506	6,965
4	14,10	13,11	0,99	0,218	0,017	0,283	0,583	0,880	0,494	0,040	0,642	1,324	4,541
5	16,00	16,20	0,20	0,134	0,066	0,366	0,666	0,785	0,382	0,188	1,043	1,897	3,747
6	14,00	13,05	0,95	0,270	0,070	0,230	0,530	0,777	0,851	0,221	0,725	1,671	3,365
7	14,75	14,21	0,54	0,309	0,109	0,191	0,491	0,717	1,139	0,401	0,707	1,814	3,143
8	14,38	14,54	0,16	0,250	0,050	0,250	0,550	0,684	1,034	0,207	1,034	2,275	2,998
9	13,83	14,15	0,32	0,187	0,013	0,313	0,613	0,667	0,839	0,060	1,409	2,757	2,896
10	15,30	15,60	0,30	0,138	0,062	0,362	0,662	0,648	0,674	0,303	1,767	3,232	2,821
11	16,90	15,28	1,62	0,273	0,073	0,227	0,527	0,760	1,191	0,317	0,992	2,302	2,764
12	14,10	13,73	0,37	0,281	0,081	0,219	0,519	0,725	1,342	0,386	1,047	2,481	2,718
13	12,25	12,70	0,45	0,225	0,025	0,275	0,575	0,723	1,120	0,123	1,373	2,869	2,681
14	12,15	11,50	0,65	0,255	0,055	0,245	0,545	0,704	1,355	0,292	1,302	2,897	2,65
15	10,55	11,40	0,85	0,181	0,019	0,319	0,619	0,736	0,954	0,098	1,677	3,256	2,624
16	11,70	12,20	0,50	0,139	0,061	0,361	0,661	0,731	0,759	0,335	1,977	3,618	2,602
17	12,70	12,00	0,70	0,172	0,028	0,328	0,628	0,721	0,983	0,162	1,878	3,594	2,583
18	14,70	13,70	1,00	0,218	0,018	0,282	0,582	0,726	1,273	0,104	1,649	3,402	2,557
19	15,30	15,60	0,30	0,191	0,009	0,309	0,609	0,715	1,161	0,058	1,885	3,713	2,552
20	16,90	15,28	1,62	0,262	0,062	0,238	0,538	0,766	1,529	0,362	1,389	3,140	2,539
21	16,90	16,50	0,40	0,269	0,069	0,231	0,531	0,747	1,647	0,420	1,419	3,258	2,528
22	16,70	16,20	0,50	0,279	0,079	0,221	0,521	0,731	1,790	0,507	1,417	3,342	2,518
23	13,80	13,70	0,10	0,271	0,071	0,229	0,529	0,715	1,819	0,478	1,533	3,545	2,508
X	14,27	14,00	0,27										
S			0,72										

ii. Análise dos resultados de cinzas do carvão CE 5200

A verificação da existência da equidade do teor de cinzas do carvão CE5200 foi realizada empregando os resultados encontrados para os lotes correspondentes à expedição diária da Copelmi para a Riocell. A Copelmi amostrou, preparou e analisou cada lote de carvão a ser expedido, enquanto que a Riocell efetuou a amostragem do lote recebido e executou o início da



preparação da amostra em suas instalações, para, a seguir, enviar a amostra a Cientec, laboratório contratado para complementar a preparação da amostra e efetuar a análise.

A amostragem realizada pelas duas empresas não seguiu a teoria da amostragem proposta por Gy (1979). A Copelmi efetuou a amostragem nas pilhas de carvão armazenadas em seu depósito através do uso de uma pá. Por sua vez, a Riocell efetuou a amostragem na descarga de um transportador de correia, também através do uso de uma pá. Os resultados obtidos podem ser observados na Tabela 4.2. Nesta tabela são comparados os resultados de 50 lotes.

Observando os resultados do estudo realizado, verifica-se que o teor de cinzas médio obtido pela Riocell foi de 0.38 pontos percentuais superior ao teor obtido pela Copelmi. Por sua vez, o desvio padrão das diferenças entre os resultados de cinzas foi de 3.23 pontos percentuais. Deve ser lembrado que, a amostragem e o controle de qualidade para serem considerados representativos deveriam possuir limites toleráveis definidos entre as partes, tanto para a média das diferenças quanto para o desvio padrão ou variância das diferenças, para a partir daí ser efetuada a comparação com os resultados obtidos

*Tabela 4.2 Verificação dos resultados de teor de cinzas entre Copelmi e Riocel.*

N	Teor de cinzas		d	D	D'1	D'2	D'3	Tolerância = 0,50 1,20 1,50						t
	Copelm i	Riocel l						s	w	w1	w2	w3		
1	27,65	30,20	-2,55	2,550	2,050	1,350	1,050	-	-	-	-	-	-	-
2	30,42	29,10	1,32	0,615	0,115	0,585	0,885	2,737	0,318	0,059	0,302	0,457	31,82	
3	29,67	30,30	-0,63	0,620	0,120	0,580	0,880	1,935	0,555	0,107	0,519	0,788	6,965	
4	29,79	27,10	2,69	0,208	0,293	0,993	1,293	2,288	0,181	0,256	0,868	1,130	4,541	
5	30,27	29,80	0,47	0,260	0,240	0,940	1,240	1,985	0,293	0,270	1,059	1,397	3,747	
6	30,34	28,40	1,94	0,540	0,040	0,660	0,960	1,903	0,695	0,051	0,849	1,235	3,365	
7	31,29	31,80	-0,51	0,390	0,110	0,810	1,110	1,782	0,579	0,163	1,202	1,648	3,143	
8	31,08	34,60	-3,52	0,099	0,401	1,101	1,401	2,153	0,130	0,527	1,447	1,841	2,998	
9	30,77	30,80	-0,03	0,091	0,409	1,109	1,409	2,014	0,136	0,609	1,652	2,099	2,896	
10	26,81	26,00	0,81	0,001	0,499	1,199	1,499	1,920	0,002	0,822	1,975	2,469	2,821	
11	27,95	26,10	1,85	0,167	0,333	1,033	1,333	1,905	0,291	0,579	1,798	2,320	2,764	
12	27,62	27,70	-0,08	0,147	0,353	1,053	1,353	1,818	0,280	0,673	2,008	2,579	2,718	
13	28,67	28,50	0,17	0,148	0,352	1,052	1,352	1,740	0,308	0,728	2,179	2,800	2,681	
14	29,03	30,10	-1,07	0,061	0,439	1,139	1,439	1,703	0,135	0,963	2,501	3,160	2,65	

15	29,58	30,40	-0,82	0,003	0,497	1,197	1,497	1,657	0,006	1,162	2,798	3,500	2,624
16	29,28	34,00	-4,72	0,293	0,208	0,908	1,208	1,989	0,588	0,417	1,825	2,428	2,602
17	29,49	30,10	-0,61	0,311	0,189	0,889	1,189	1,928	0,666	0,404	1,901	2,543	2,583
18	29,52	28,60	0,92	0,243	0,257	0,957	1,257	1,892	0,544	0,577	2,146	2,819	2,557
19	30,56	29,20	1,36	0,158	0,342	1,042	1,342	1,875	0,368	0,794	2,421	3,118	2,552
20	29,00	29,30	-0,30	0,166	0,334	1,035	1,335	1,826	0,405	0,819	2,534	3,269	2,539
21	30,06	35,50	-5,44	0,417	0,083	0,783	1,083	2,119	0,901	0,180	1,694	2,342	2,528
22	29,63	32,00	-2,37	0,505	0,005	0,695	0,995	2,110	1,124	0,012	1,544	2,211	2,518
23	31,21	30,20	1,01	0,440	0,060	0,760	1,060	2,085	1,011	0,139	1,749	2,439	2,508
24	30,11	31,60	-1,49	0,483	0,017	0,717	1,017	2,051	1,155	0,040	1,712	2,429	2,500
25	30,88	31,40	-0,52	0,485	0,015	0,715	1,015	2,008	1,207	0,038	1,781	2,528	2,492
26	27,73	27,70	0,03	0,465	0,035	0,735	1,035	1,970	1,204	0,091	1,903	2,679	2,485
27	29,46	27,50	1,96	0,375	0,125	0,825	1,125	1,987	0,981	0,326	2,157	2,942	2,479
28	31,5	34,20	-2,70	0,458	0,042	0,742	1,042	1,999	1,213	0,111	1,964	2,758	2,473
29	32,35	31,10	1,25	0,399	0,101	0,801	1,101	1,988	1,082	0,273	2,169	2,981	2,467
30	31,85	32,40	-0,55	0,404	0,096	0,796	1,096	1,954	1,134	0,268	2,231	3,072	2,462
31	30,98	30,70	0,28	0,382	0,118	0,818	1,118	1,925	1,106	0,341	2,365	3,233	
32	31,96	31,20	0,76	0,347	0,153	0,853	1,153	1,904	1,030	0,456	2,535	3,426	
33	28,83	28,90	-0,07	0,338	0,162	0,862	1,162	1,875	1,036	0,496	2,641	3,560	
34	30,49	32,10	-1,61	0,376	0,124	0,824	1,124	1,859	1,178	0,390	2,586	3,527	
35	30,67	29,80	0,87	0,340	0,160	0,860	1,160	1,844	1,091	0,513	2,760	3,722	
36	31,70	29,50	2,20	0,269	0,231	0,931	1,231	1,866	0,866	0,741	2,993	3,957	
37	27,02	38,40	11,38	0,570	0,070	0,630	0,930	2,592	1,337	0,164	1,479	2,183	
38	30,74	33,80	-3,06	0,635	0,135	0,565	0,865	2,589	1,513	0,322	1,345	2,059	
39	31,99	29,40	2,59	0,553	0,053	0,647	0,947	2,606	1,324	0,126	1,551	2,270	
40	28,30	36,40	-8,10	0,741	0,241	0,459	0,759	2,836	1,653	0,538	1,023	1,692	2,423
41	29,81	34,70	-4,89	0,842	0,342	0,358	0,658	2,874	1,877	0,763	0,797	1,465	
42	31,96	31,00	0,96	0,800	0,300	0,400	0,700	2,853	1,816	0,680	0,910	1,591	
43	32,70	36,00	-3,30	0,858	0,358	0,342	0,642	2,844	1,977	0,825	0,789	1,481	
44	27,96	27,70	0,26	0,832	0,332	0,368	0,668	2,816	1,961	0,783	0,866	1,573	
45	29,18	29,40	-0,22	0,819	0,319	0,381	0,681	2,785	1,972	0,768	0,918	1,641	
46	29,12	30,5	-1,38	0,831	0,331	0,369	0,669	2,755	2,045	0,814	0,909	1,647	
47	30,79	23,7	7,09	0,662	0,162	0,538	0,838	2,960	1,534	0,376	1,245	1,940	
48	30,81	32,00	-1,19	0,673	0,173	0,527	0,827	2,929	1,593	0,410	1,246	1,955	

49	32,12	27,30	4,82	0,561	0,061	0,639	0,939	3,003	1,308	0,143	1,489	2,188
50	30,58	22,20	8,38	0,382	0,118	0,818	1,118	3,230	0,837	0,257	1,790	2,447
X	30,03	30,41	-0,38									
S			3,23									

Como estes limites de tolerância não foram definidos, não é possível classificar o controle de qualidade como sendo ou não representativo. Porém, parece bastante razoável considerar que dificilmente as partes aceitariam um desvio padrão desta ordem, ou seja, o controle de qualidade não poderia ser considerado como representativo em algum dos laboratórios ou em ambos. Por outro lado, para termos a certeza prática desta afirmação é necessário a realização do teste de Student-Fisher, onde é efetuado o teste de hipóteses. Como já foi visto, a partir deste teste é possível verificar estatisticamente se existe diferença entre os laboratórios, e se em caso desta diferença existir, a diferença ser ou não ser tolerável.

Como não existe nenhum valor tolerável definido em contrato para a diferença entre as cinzas encontradas pelos laboratórios, foram definidos e testados três teores toleráveis de cinzas (0,50 % ; 1,20 % e 1,50 % , respectivamente). Os resultados encontrados mostram que para a hipótese  $H' : D = 0$  não se chegou a uma certeza prática de que existe diferença de resultados entre os laboratórios.

Nos testes da hipótese  $H' : D' = 0$  pode-se verificar que para o limite de tolerância de 0.5 % não houve nenhuma situação em que  $w_i$  fosse maior que  $t$ . Assim, para esta tolerância não se pode concluir que  $D'$  é igual ou diferente de zero. Para as tolerâncias 1.2 % e 1.5% podem ser vistos alguns testes, ao longo de toda a série de 50 lotes, que apresentaram valores de  $w_i$  maiores que  $t$ . Como, nestes casos, o sinal de  $w_i$  foi sempre negativo, pode-se concluir que os resultados de cinzas encontrados pelos laboratórios se encontram dentro do intervalo de tolerância definido. Porém não existe continuidade nos resultados dos testes, isto é,  $w_i$  as vezes é maior que  $t$  e as vezes não é. Isto decorre do aparecimento de resultados contendo uma acentuada diferença entre os laboratórios, provocando uma incerteza com relação a representatividade dos resultados. Este fato não deveria ser uma surpresa, pois ele é uma consequência do modelo de amostragem que ora era empregado pelas duas empresas. Dadas às quantias monetárias envolvidas neste contrato, sugere-se que as duas empresas passem a empregar a amostragem probabilística para controlar a qualidade do carvão.

# Capítulo 5

## Parte experimental com estudo de casos

### 5.1 Introdução

Este capítulo propõe um protocolo de amostragem embasado na teoria da amostragem. Para atingir este fim são utilizados estudos de casos de amostragem de carvão. Os objetivos destes estudos podem ser resumidos na verificação e confirmação prática dos principais princípios apresentados pela teoria da amostragem e na determinação da variabilidade de alguns carvões brasileiros e seus erros inerentes. A seguir é efetuada a análise das normas técnicas brasileiras de amostragem e preparação de amostras NBR 8291 e NBR 8292, respectivamente. Os resultados demonstram a impropriedade destas normas para garantir a representatividade na caracterização de um determinado lote. O capítulo é finalizado com uma proposta de protocolo de amostragem e preparação de amostras, visando garantir uma dada representatividade da amostra. As seções que compõem este capítulo são: estudos de casos de carvões brasileiros, análise das normas técnicas brasileiras de amostragem e preparação de amostras de carvão e proposição de um protocolo de amostragem de carvão visando atender a precisão requerida.

### 5.2 Estudo de casos de carvões brasileiros

A prática da amostragem de carvão no Brasil, com raríssimas exceções tem se mostrado bastante distante dos princípios da teoria da amostragem apresentados nos capítulos anteriores. Desta forma, julgou-se necessário efetuar ensaios empregando carvões brasileiros para avaliar a adequação da teoria da amostragem e verificar se as práticas usualmente empregadas no processo amostral garantem a representatividade do lote analisado. Os ensaios e testes foram realizados no laboratório da Mina do Recreio, localizado no município de Butiá – RS e pertencente a Copelmi Mineração Ltda, empregando alguns dos tipos de carvões produzidos nesta mina. Os ensaios foram divididos em:

- i. medição do erro total da amostragem manual em pilha e verificação da existência de significância estatística deste erro em relação à disposição do carvão no depósito;
- ii. verificação da significância do erro total na amostragem mecânica probabilística;
- iii. verificação das etapas mais críticas do processo de preparação de amostras;
- iv. determinação do erro de integração;
- v. verificação da aplicabilidade da análise variográfica para a determinação do erro de integração;
- vi. estimativa da precisão da amostragem em função do número de incrementos tomados em amostragem de fluxo contínuo.

### **5.2.1 Medição do erro total da amostragem manual em pilha**

A determinação do erro total da amostragem manual em pilha foi estudada devido ao seu grande emprego na maioria das empresas que produzem e utilizam carvão no Brasil. Embora este tipo de procedimento seja condenado pela teoria da amostragem, especialmente se esta amostra for constituída de material bastante heterogêneo, como é o caso do carvão, julgou-se interessante medir a variação que os resultados deste tipo de controle de qualidade apresentam. As medições realizadas objetivaram avaliar a aplicabilidade da teoria da amostragem e, em caso positivo, demonstrar a falta de confiabilidade que os procedimentos normatizados possuem frente às exigências de precisão do mercado. A amostragem manual em pilha é realizada usualmente através do uso de uma pá, sendo coletadas as partículas que se encontram na superfície da pilha. A inconformidade deste tipo de amostragem com a teoria da amostragem está baseado no fato de que a amostragem manual é não-probabilística, pois pressupõe que as partículas dispostas nas posições inferiores da pilha e, portanto inalcançáveis pela pá, apresentem exatamente as mesmas características das partículas posicionadas na superfície. Devido a segregação e a variabilidade natural do material esta condição, segundo a teoria da amostragem, não é verdadeira.

Para verificar a possibilidade dos erros provocados pela amostragem manual serem passíveis de estimação e ficarem restritos à faixa de erro calculada pela teoria da amostragem, foram empregadas duas formas de análise:

- i. avaliação estatística das diferenças dos teores dos lotes através do emprego do método Anova de dois fatores (Montgomery, 1997);
- ii. comparativo entre a faixa de erro dos teores de cinzas calculada pela teoria da amostragem com as diferenças obtidas pela mudança de posição do lote.

Todos os carvões utilizados foram oriundos do processo de beneficiamento, sendo formados seis lotes de 250 toneladas. Cada um destes lotes serviu para a execução de um ensaio. Cada ensaio foi estruturado seguindo os seguintes passos:

- i. o lote, depositado na posição 1, foi amostrado através do emprego de uma pá sendo tomados 85 incrementos com aproximadamente 3 kg cada um, totalizando um peso de amostra de 250 kg;
- ii. a operação de amostragem do lote depositado na posição 1 foi repetida três vezes. Em cada uma das vezes, a amostra foi colhida por um empregado diferente;
- iii. cada amostra coletada foi preparada e analisada seguindo exatamente o mesmo procedimento. O teor de cinzas foi o parâmetro de qualidade analisado, sendo efetuadas duas determinações para cada amostra;
- iv. a seguir o carvão constituinte do lote foi transportado para outro local do depósito, sendo depositado na posição 2. A mudança de posição do lote provocou um rearranjo na disposição das partículas no interior do lote;
- v. os passos 1, 2 e 3 foram repetidos para o lote depositado na posição 2.

Essa operação simulou a situação que usualmente ocorre na indústria carbonífera brasileira, onde o carvão é amostrado pelo produtor (posição 1) e depois é amostrado pelo consumidor (posição 2). Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 5.1.

*Tabela 5.1 Resultados de teor de cinza dos lotes 1 a 6.*

LOTES 1	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	32,93	32,74	31,38	31,96
Amostrador 2	32,93	31,93	31,08	31,71
Amostrador 3	31,41	32,00	31,88	31,85
Amostrador 4	32,49	32,53	30,90	31,52
LOTES 2	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	25,96	26,06	29,00	28,87
Amostrador 2	25,88	25,93	27,61	27,42
Amostrador 3	26,20	26,12	29,88	29,80
Amostrador 4	26,07	26,15	29,85	29,76
LOTES 3	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	28,17	28,57	29,92	29,93
Amostrador 2	28,80	28,92	28,22	28,25
Amostrador 3	27,30	27,27	29,95	30,10
Amostrador 4	28,51	28,23	29,10	29,06
LOTES 4	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	39,30	39,11	34,15	35,56
Amostrador 2	39,86	39,99	34,87	34,96
Amostrador 3	37,89	37,78	34,81	34,99
Amostrador 4	37,46	37,55	34,46	35,17
LOTES 5	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	32,51	32,47	31,30	31,17
Amostrador 2	32,58	32,43	30,87	31,00
Amostrador 3	32,04	32,84	31,18	31,09
Amostrador 4	32,72	32,85	31,24	31,32
LOTES 6	Posição 1 Cinzas (%)		Posição 2 Cinzas (%)	
Amostrador 1	39,47	38,84	38,73	38,22
Amostrador 2	38,98	38,97	37,85	37,98
Amostrador 3	39,56	39,54	37,93	37,85
Amostrador 4	39,45	39,54	37,91	37,80

### 5.2.1.1 Avaliação estatística através do emprego do método Anova de dois fatores

Nos ensaios realizados foram definidos os fatores “posição da pilha” e “amostrador que efetuou a amostragem” como os parâmetros a serem avaliados quanto a sua influência no resultado do teor de cinzas de cada lote testado. A técnica estatística conhecida pelo nome Método Anova de dois fatores foi a metodologia escolhida para verificar se as diferenças

encontradas entre os teores de cinzas de cada ensaio apresentaram uma influência significativa, sob o ponto de vista estatístico, de cada uma ou de ambas as variáveis testadas.

Para uma melhor compreensão desta técnica são definidos os seguintes termos:

- i. características de qualidade - são todas as características do produto consideradas importantes;
- ii. variável de resposta - é um aspecto do produto que pode ser medido e que permite quantificar as características de qualidade. Como exemplo, pode ser citado o teor de cinzas de um lote de carvão. A variável de resposta depende das variáveis independentes denominadas fatores de processo e está sujeita às variações normais do processo. Podem existir várias variáveis de resposta;
- iii. parâmetro de processo - é toda variável da linha de produção que pode ser alterada e que talvez tenha um efeito sobre as variáveis de resposta;
- iv. fator controlável - é um parâmetro de processo que foi eleito para ser estudado a vários níveis no experimento. É uma variável independente submetida ao controle direto do pesquisador. Ela pode influenciar a variável de resposta do processo. Pode ser tanto qualitativa (posição 1 ou 2), quanto quantitativa (taxa de fluxo de um material). Deve ser mensurável ou identificável;
- v. nível de resposta - é valor assumido pela variável de controle. Os níveis são pré-determinados pelo pesquisador antes da execução do experimento, devendo ser mantidos constantes;
- vi. fatores constantes - são os parâmetros de processo que não entram no experimento, sendo mantidos constantes durante a execução do mesmo;
- vii. fatores não controláveis (ruído) - são as variáveis que não podem ser controladas pela equipe técnica. São responsáveis pelo erro experimental (variabilidade);
- viii. efeito de um fator - é a mudança que aparece na resposta quando é mudado o nível de um fator controlável;
- ix. ensaio - é o procedimento de ajustar os fatores nos níveis pré-determinados, mantendo-os constantes para finalmente medir as respostas.

Esta metodologia foi adotada porque está fortemente apoiada em conceitos estatísticos, apresentando a vantagem de minimizar e quantificar os efeitos dos fatores não



controláveis. O projeto de experimentos permite estimar a variância do erro através das determinações repetitivas da variável de resposta (Mullar et al.,1991).

De um modo geral, em um estudo de análise de variância de dois fatores, tem-se  $a$  níveis do fator  $A$  e  $b$  níveis do fator  $B$ , arranjados de forma que cada repetição do estudo contenha uma observação de todos os  $ab$  tratamentos. Em nosso estudo, o fator  $A$  é o empregado responsável pela coleta da amostra, enquanto que o fator  $B$  é a posição da pilha. A variável de resposta estudada foi o teor de cinzas do carvão. Na análise da variância para dois fatores, o  $k$ -ésimo valor de resposta obtida no  $i$ -ésimo nível do fator  $A$  e  $j$ -ésimo nível do fator  $B$  é representado por  $x_{ijk}$ . A Tabela 5.2 mostra os dados típicos de um experimento de dois fatores.

Note-se que o símbolo  $x_{ijk}$  representa o  $k$ -ésimo valor da percentagem do teor de cinzas de um lote de carvão depositado na posição  $i$  (nível  $i$  do fator  $A$ ) amostrado por um empregado  $j$  (nível  $j$  do fator  $B$ ). Os valores que  $i, j$  e  $k$  podem assumir no nosso exemplo são:

$$1 \leq i \leq 4 \quad 1 \leq j \leq 2 \quad 1 \leq k \leq 2$$

Desejamos avaliar se o teor de cinzas da pilha de carvão é afetado pela posição da pilha e/ou pelo empregado executor da amostragem. Esta avaliação é baseada em uma análise da variabilidade total dos dados coletados nos  $ab$  tratamentos.

*Tabela 5.2 Forma típica de apresentação de dados em análise de variância de dois fatores.*

Fator A	Fator B			
	1	2	...	b
1	$X_{111}$	$X_{121}$	...	$X_{1b1}$
	$X_{112}$	$X_{122}$	...	$X_{1b2}$
	$X_{11n}$	$X_{12n}$	...	$X_{1bn}$
2	$X_{211}$	$X_{221}$	...	$X_{2b1}$
	$X_{212}$	$X_{222}$	...	$X_{2b2}$
	$X_{21n}$	$X_{22n}$	...	$X_{2bn}$
A				
	$X_{a11}$	$X_{a21}$	...	$X_{ab1}$
	$X_{a12}$	$X_{a22}$	...	$X_{ab2}$
	$X_{a1n}$	$X_{a2n}$	...	$X_{abn}$

A seguir serão introduzidas as notações que são empregadas na análise da variância de dois fatores. Sejam  $x_{i..}$  a soma das observações do  $i$ -ésimo nível do fator  $A$ ,  $x_{.j.}$  a soma das observações do  $j$ -ésimo nível do fator  $B$ ,  $x_{ij.}$  a soma das observações sob o  $ij$ -ésimo tratamento e  $x_{...}$  a soma de todas as observações. Sejam  $\bar{x}_{i..}$ ,  $\bar{x}_{.j.}$ ,  $\bar{x}_{ij.}$  e  $\bar{x}_{...}$  as médias correspondentes. Em notação matemática temos:

$$\begin{aligned}
 x_{i..} &= \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk} & \bar{x}_{i..} &= \frac{x_{i..}}{bn} & i &= 1, 2, \dots, a \\
 x_{.j.} &= \sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^n x_{ijk} & \bar{x}_{.j.} &= \frac{x_{.j.}}{an} & j &= 1, 2, \dots, b \\
 x_{ij.} &= \sum_{k=1}^n x_{ijk} & \bar{x}_{ij.} &= \frac{x_{ij.}}{n} & i &= 1, 2, \dots, a; \\
 & & & & j &= 1, 2, \dots, b \\
 x_{...} &= \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk} & \bar{x}_{...} &= \frac{x_{...}}{abn} & & 
 \end{aligned} \tag{5.1}$$

A variabilidade total dos dados coletados nos  $ab$  tratamentos é dada por:

$$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n (x_{ijk} - \bar{x}_{...})^2 \tag{5.2}$$

Os resultados obtidos para o lote 1 foram empregados para ilustrar a técnica apresentada. Os valores  $x_{i..}$  e  $x_{.j.}$  estão apresentados nas margens da Tabela 5.3, enquanto que os valores  $x_{ij.}$  são os números apresentados dentro dos retângulos da mesma tabela.

Tabela 5.3 Resultados de teor de cinzas do lote 1.

	Posição 1	Posição 2	$X_{i..}$
Amostrador 1	32,93	31,38	129,01
	<u>65,67</u>	<u>63,34</u>	
Amostrador 2	32,74	31,96	127,65
	<u>64,86</u>	<u>62,79</u>	
Amostrador 3	32,93	31,08	127,14
	<u>63,41</u>	<u>63,73</u>	
Amostrador 4	31,93	31,71	127,44
	<u>65,02</u>	<u>62,42</u>	
$X_{.j}$	258,96	252,28	511,24

Se todos os  $ab$  tratamentos exercerem a mesma influência na variável de resposta, toda a variabilidade medida pela expressão (5.2) é explicada pelo acaso (corresponde à variabilidade natural do processo sob controle). Mas se os  $ab$  tratamentos não exercerem a mesma influência, então parte da variabilidade em (5.2) ocorre como consequência deste fato. Observa-se que, se as influências dos  $ab$  tratamentos sobre a variável resposta (teor de cinzas) forem diferentes, esta diferença pode ser devida ao efeito do fator  $A$  e/ou fator  $B$  e/ou da interação entre  $A$  e  $B$ . Para separar estas contribuições para a variabilidade total dos dados utilizaremos a seguinte igualdade:

$$\begin{aligned}
 & \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n X_{ijk} - \bar{X}_{...} \cdot bn - \sum_{i=1}^a \bar{X}_{i..} \cdot n - \sum_{j=1}^b \bar{X}_{.j.} \cdot a \\
 & + \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \bar{X}_{ij.} - \bar{X}_{i..} \cdot \bar{X}_{.j.} - \sum_{i=1}^a \bar{X}_{i..} \cdot \bar{X}_{...} - \sum_{j=1}^b \bar{X}_{.j.} \cdot \bar{X}_{...} \\
 & + \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n X_{ijk} - \bar{X}_{ij.} \cdot n - \bar{X}_{i..} \cdot \bar{X}_{.j.} \cdot n - \bar{X}_{...} \cdot \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b n
 \end{aligned} \tag{5.3}$$

A equação (5.3) pode ser escrita de modo abreviado como:

$$SQT = SQA + SQB + SQAB + SQR,$$

onde:  $SQT = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk}^2 - X \dots$  soma de quadrados total.

$SQA = bn \sum_{i=1}^a \bar{x}_{i..}^2 - \bar{X} \dots$  soma de quadrados devida ao fator  $A$ .

$SQB = an \sum_{j=1}^b \bar{x}_{.j.}^2 - \bar{X} \dots$  soma de quadrados devida ao fator  $B$ .

$SQAB = n \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \bar{x}_{ij.}^2 - \bar{X}_{i..}^2 - \bar{X}_{.j.}^2 - \bar{X} \dots$  soma de quadrados devido a interação  $A$  e  $B$ .

$SQR = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n x_{ijk}^2 - \bar{X}_{ij.}^2$  soma de quadrados residual.

Observa-se que a medida da variação total dos dados  $SQT$  foi particionada em quatro componentes:

- i.  $SQR$  mede a variação devida ao acaso, isto é, as variações dentro de cada tratamento, ou seja,  $SQT$  capta a variação natural do processo sem levar em conta os possíveis efeitos dos fatores  $A$  e  $B$  e da interação  $AB$ ;
- ii.  $SQA$  também mede a variação devida ao acaso quando o fator  $A$  não exercer efeito sobre a variável de resposta. Quando há efeito de  $A$ ,  $SQA$  reflete a variabilidade provocada por este efeito, além da variação devida ao acaso;
- iii.  $SQB$  tem uma interpretação análoga à  $SQA$ ;
- iv.  $SQAB$  também mede a variação devida ao acaso quando a interação entre os fatores  $A$  e  $B$  não exercer efeito sobre a variável de resposta. Se existir efeito da interação entre  $A$  e  $B$ ,  $SQAB$  reflete a variabilidade provocada por este efeito, além da variação devida ao acaso.

Calculando estas somas de quadrados para os dados do lote 1, temos:

$$SQT = 5,91$$

$$SQA = 0,51$$

$$SQB = 2,79$$

$$SQAB = 1,36$$

$$SQR = 1,25$$

Para avaliar a existência de efeitos devidos aos fatores *A* e *B* ou devidos à interação entre *A* e *B*, os valores *SQA*, *SQB* e *SQAB* serão comparados com o valor de *SQR*. Esta comparação é facilitada se dividirmos cada soma de quadrados pelo seu número de graus de liberdade. Os graus de liberdade para *SQT*, *SQA*, *SQB*, *SQAB* e *SQR* são, respectivamente,  $abn-1$ ,  $a-1$ ,  $b-1$ ,  $(a-1)(b-1)$  e  $ab(n-1)$ . Para o lote 1 estes valores são:  $(4 \times 2 \times 2) - 1 = 15$ ,  $4 - 1 = 3$ ,  $2 - 1 = 1$ ,  $(4 - 1) \times (2 - 1) = 3$  e  $4 \times 2(2 - 1) = 8$ .

A razão entre uma soma de quadrados e seu número de graus de liberdade é denominada de quadrado médio. Assim, para o lote 1 temos:

$$QMA = 0,51 / 3 = 0,17,$$

$$QMB = 2,79 / 1 = 2,79,$$

$$QMAB = 1,36 / 3 = 0,45,$$

$$QMR = 1,25 / 8 = 0,16.$$

As razões:

$$F_A = QMA / QMR,$$

$$F_B = QMB / QMR,$$

$$F_{AB} = QMAB / QMR,$$

serão utilizadas para avaliar se os fatores *A* e *B* e a interação entre *A* e *B* exercem efeitos sobre a variável de resposta. Considera-se que *QMA*, *QMB* e *QMAB* são significativamente maiores que *QMR* quando:

$$F_A ? F? [a-1, ab(n-1)],$$

$$F_B ? F? [b-1, ab(n-1)],$$

$$F_{AB} ? F? [(a-1)(b-1), ab(n-1)],$$

onde  $F?$  é um valor obtido da curva de distribuição de Fisher. Se isto ocorrer concluiremos que, ao nível de significância  $\alpha$ , que os fatores  $A$  e  $B$  e a interação  $AB$  exercem efeitos significativos sobre a variável de resposta. As Tabelas 5.4 e 5.5 apresentam as análises estatísticas efetuadas no seis lotes pesquisados.

a, Variável de resposta: teor de cinzas.

b, Fatores controláveis: Posição 1 e posição 2, amostradores A1, A2, A3 e A4.

*Tabela 5.4 Resultado de ANOVA dois fatores para os lotes 1, 2 e 3.*

Lote 1						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	2,79	1	2,79	17,86	5,32	Significativo
Amostrador (A)	0,51	3	0,17	1,09	4,07	Não significativo
PA	1,36	3	0,45	2,90	4,07	Não significativo
ERRO	1,25	8	0,16			
Total	5,91	15				
Lote 2						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	35,46	1	35,46	5673,60	5,32	Significativo
Amostrador (A)	4,32	3	1,44	230,40	4,07	Significativo
PA	2,88	3	0,96	153,60	4,07	Significativo
ERRO	0,05	8	0,01			
Total	42,71	15				
Lote 3						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	4,8	1	4,80	274,29	5,32	Significativo
Amostrador (A)	0,83	3	0,28	15,81	4,07	Significativo
PA	6,02	3	2,01	114,67	4,07	Significativo
ERRO	0,14	8	0,02			
Total	11,79	15				

Os resultados da metodologia ANOVA de dois fatores mostraram que:

- i. a posição de depósito do carvão teve uma influência significativa, sob o ponto de vista estatístico, sobre o resultado de teor de cinzas. Isto quer dizer que a posição do lote influenciou no resultado da amostragem em todos os ensaios executados. Não houveram exceções;

- ii. em 50% dos testes realizados foi constatada uma influência significativa dos amostradores sobre os resultados do teste. Isto demonstra que, embora o procedimento de amostragem e preparação de amostras tenha sido seguido de forma satisfatória, a amostragem manual executada influenciou no resultado de alguns testes;
- iii. observando os valores obtidos no teste F, verifica-se que os valores relativos à posição do carvão no depósito são muito superiores aos valores relativos aos amostradores. Isto permite concluir que a posição do carvão no depósito é muito mais influente sobre as variações medidas no resultado do teor de cinzas do que a tomada de amostras executada por diferentes amostradores.

*Tabela 5.5 Resultados das análises pelo ANOVA de dois fatores dos lotes 4, 5 e 6.*

Lote 4						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	56,14	1	56,14	345,48	5,32	Significativo
Amostrador (A)	4,09	3	1,36	8,39	4,07	Significativo
PA	3,74	3	1,25	7,67	4,07	Significativo
ERRO	1,3	8	0,16			
Total	65,27	15				
Lote 5						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	7,94	1	7,94	176,44	5,32	Significativo
Amostrador (A)	0,22	3	0,07	1,63	4,07	Não significativo
PA	0,07	3	0,02	0,52	4,07	Não significativo
ERRO	0,36	8	0,05			
Total	8,59	15				
Lote 6						
Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Medias quadradas	Teste F	F tabelado	
Posição (P)	6,35	1	6,35	145,14	5,32	Significativo
Amostrador (A)	0,3	3	0,10	2,29	4,07	Não significativo
PA	0,68	3	0,23	5,18	4,07	Significativo
ERRO	0,35	8	0,04			
Total	7,68	15				

### 5.2.1.2 Comparativo dos limites calculados através da teoria da amostragem com as diferenças pela mudança de posição do lote

Os resultados dos ensaios executados também foram empregados para observar as diferenças apresentadas entre os mesmos e verificar se estas diferenças estavam ou não enquadradas dentro do intervalo de erro calculado a partir da aplicação da teoria da amostragem. O tratamento desta questão foi dividido em três partes. Inicialmente foi efetuada a determinação dos valores das variâncias de erro definidas pela teoria da amostragem, seu desvio padrão e o intervalo de erro esperado, considerando uma confiabilidade de 95 % e uma distribuição normal para o erro. A seguir foi realizada a determinação das diferenças encontradas entre os valores de cinzas encontrados para a posição 1 e para a posição 2. Finalmente, foi executada a verificação do enquadramento das diferenças entre as posições 1 e 2 no intervalo de erro calculado pela teoria da amostragem.

As fórmulas empregadas estão alicerçadas na teoria da amostragem (Gy, 1982), sendo:

i. Variância do Erro Fundamental ( $s^2_{EF}$ )

$$s^2_{EF} = \left( \frac{1}{M_E} + \frac{1}{M_L} \right) \cdot C \cdot d^3 \quad (5.4)$$

onde:  $M_E$  = Massa de amostra em um dado estágio do processo de amostragem (g);

$M_L$  = Massa do lote ou massa inicial da etapa de preparação (g);

$C$  = constante de amostragem de um determinado minério;

$d$  = top-size das partículas da amostra (cm).

A constante de amostragem  $C$  é obtida através da seguinte fórmula:

$$C = c \cdot l \cdot f \cdot g \quad (5.5)$$

onde:  $l$  = fator de liberação =  $\frac{d_{lib}^{0.5}}{d}$  (5.6)

$d_{lib}$  = o tamanho de liberação do minério analisado;



$f$  = fator de forma das partículas = 0.5 (usualmente);

$g$  = fator da faixa de tamanho;

$$c = \text{fator de composição mineralógica} = \frac{\rho_1 a_1 + \rho_2 a_2}{\rho_1 a_1 + \rho_2 a_2} / a \quad (5.7)$$

onde:  $a$  = concentração do componente do minério em consideração;

$\rho_1$  = densidade das partículas componente crítico ( $\text{g/cm}^3$ );

$\rho_2$  = densidade das partículas dos outros componentes do minério ( $\text{g/cm}^3$ ).

O fator de faixa de tamanho  $g$  pode ser estimado a partir da relação entre o top-size  $d$  e o limite de tamanho mais baixo  $d'$  (5 % de undersize), assim para uma grande faixa de tamanhos ( $d/d' > 4$ ), o fator  $g$  é igual a 0.25.

#### ii. Variância do Erro de Segregação e Grupamento ( $s^2_{ESG}$ )

A variância de segregação e grupamento não pode ser facilmente calculada, mas pode ser determinada experimentalmente junto com a variância do erro fundamental (Holmes, 1991). De acordo com Gy (1982), a variância de segregação e grupamento é igual ou menor que a variância do erro fundamental. Em conseqüência, é sempre seguro assumir que:

$$s^2_{ESG} \leq s^2_{EF} \quad (5.8)$$

#### iii. Variância do Erro Analítico ( $s^2_{EA}$ )

Esta variância se refere aos erros provocados pelo pelos equipamentos e processo de análise da amostra moída. Para o caso do laboratório da Mina do Recreio, esta variância foi determinada através da repetição de análises em amostras padrão moídas. O valor encontrado é:  $s^2_{EA} = 1,75 \cdot 10^{-7}$

Tabela 5.6 Cálculo das variâncias de erro do Lote 1.

	EF					ESG	EA
	Amostragem	Preparação amostra					
		Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4		
$M_F$ (g)	<u>250.000</u>	<u>40.000</u>	<u>10.000</u>	<u>400</u>	<u>1</u>		
$M_L$ (g)	250.000.000	250.000	40.000	10.000	400		
r1	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25		
r2	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30		
a	0,3237	0,3237	0,3237	0,3237	0,3237		
c (g/cm <sup>3</sup> )	4,06	4,06	4,06	4,06	4,06		
<u>d (cm)</u>	<u>5,7</u>	<u>5,7</u>	<u>2,2</u>	<u>0,3</u>	<u>0,025</u>		
$d_{lib}$ (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025		
l	0,066	0,066	0,107	0,289	1,000		
f	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50		
g	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25		
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0336	0,0336	0,0541	0,1464	0,5073		
$s^2E$	$2,49 \cdot 10^{-5}$	$1,31 \cdot 10^{-4}$	$4,32 \cdot 10^{-5}$	$9,49 \cdot 10^{-6}$	$7,91 \cdot 10^{-6}$	$2,16 \cdot 10^{-4}$	$1,75 \cdot 10^{-7}$

A Tabela 5.6 mostra os cálculos efetuados para a determinação das variâncias de erro do lote número 1. A variância do erro fundamental foi calculada para a amostragem do carvão e para o processo de preparação da amostra. A preparação da amostra foi dividida em quatro etapas. As etapas foram definidas na medida em que ocorreu a redução de massa e granulometria da amostra.

O valor da variância do erro de segregação e grupamento foi igual ao da variância do erro fundamental, conforme a equação 5.8. A variância do erro de amostragem total é o somatório das variâncias indicadas na Tabela 5.6 e é igual a  $4,32 \cdot 10^{-4}$ . Como consequência, o desvio padrão do erro de amostragem total é de  $2,08 \cdot 10^{-2}$ .

A variância e o desvio padrão do erro total são valores relativos. Para determinar o intervalo de erro com 95 % de confiabilidade é necessário converter o desvio padrão relativo para desvio padrão absoluto, assim:

$$(\text{SE Total}) \text{ absoluto} = (\text{SE Total}) \text{ relativo} \cdot \% \text{ teor de cinzas}$$

$$(\text{SE Total}) \text{ absoluto} = 2,08 \cdot 10^{-2} \cdot 32,37\% = 0,67 \%$$

Para 95 % de confiabilidade, temos:

$$\text{Intervalo} = ? \cdot 2 \cdot (\text{SE Total}) \text{ absoluto} = ? \cdot 1,35 \%$$

Considerando que o carvão depositado na posição 1 se refere ao carvão amostrado pelo produtor, a teoria da amostragem para o protocolo empregado determina que o teor de cinzas a ser reproduzido pelo controle de qualidade do consumidor deveria estar inserido dentro do intervalo igual à  $32,37\% \pm 1,35\%$ , ou seja, entre 31,02 % e 33,72 % de cinzas.

As diferenças encontradas para o teor de cinzas entre as posições 1 e 2 do lote 1 foram calculadas. Os resultados são mostrados a seguir:

posição 1 amostrador 1 e posição 2 amostrador 1 = 1,17 %

posição 1 amostrador 1 e posição 2 amostrador 2 = 1,44 %

posição 1 amostrador 1 e posição 2 amostrador 3 = 0,97 %

posição 1 amostrador 1 e posição 2 amostrador 4 = 1,63 %

posição 1 amostrador 2 e posição 2 amostrador 1 = 0,76 %

posição 1 amostrador 2 e posição 2 amostrador 2 = 1,03 %

posição 1 amostrador 2 e posição 2 amostrador 3 = 0,56 %

posição 1 amostrador 2 e posição 2 amostrador 4 = 1,22 %

posição 1 amostrador 3 e posição 2 amostrador 1 = 0,04 %

posição 1 amostrador 3 e posição 2 amostrador 2 = 0,31 %

posição 1 amostrador 3 e posição 2 amostrador 3 = 0,16 %

posição 1 amostrador 3 e posição 2 amostrador 4 = 0,50 %

posição 1 amostrador 4 e posição 2 amostrador 1 = 0,84 %

posição 1 amostrador 4 e posição 2 amostrador 2 = 1,11 %

posição 1 amostrador 4 e posição 2 amostrador 3 = 0,64 %

posição 1 amostrador 4 e posição 2 amostrador 4 = 1,30 %

Observa-se que, no caso do lote 1, cerca de 13 % dos resultados encontrados ficaram fora do intervalo determinado pela teoria da amostragem (? 1,35 %). A seguir foi efetuado o mesmo ensaio com outros cinco lotes de carvão. Os resultados encontrados e a análise realizada encontram-se no Anexo A. Nesses ensaios, o percentual que extrapolou o limite de erro calculado pela teoria da amostragem foi:

no lote 2 – 100 % das amostras não se enquadraram no intervalo;

no lote 3 – 44 % das amostras não se enquadraram no intervalo;

no lote 4 – 100 % das amostras não se enquadraram no intervalo;

no lote 5 – 44 % das amostras não se enquadraram no intervalo;

no lote 6 – 38 % das amostras não se enquadraram no intervalo.

O estudo realizado teve por finalidade simular a operação de controle de qualidade empregando a amostragem manual usualmente efetuada em muitas minas e consumidores de carvão brasileiros. O carvão amostrado na posição 1 teve a intenção de se referir à amostragem realizada no depósito da planta de beneficiamento, enquanto que o carvão da posição 2 representou a amostragem realizada pelo consumidor. As diferenças encontradas deveriam apresentar valores inferiores aos da faixa de erro estimada pela teoria da amostragem. Caso esta hipótese estivesse correta poderia se concluir que a amostragem manual em pilha poderia ter seu erro previsto e, desta forma, tornar-se uma operação confiável de controle de qualidade.

Foram realizados seis testes empregando carvões beneficiados com diferentes teores de cinzas. Os teores de cinzas dos lotes ensaiados variaram de 26,05 % até 38,62 %. Todos os lotes apresentaram um peso de aproximadamente 250 t. As operações de amostragem, preparação de amostras e análise observaram os procedimentos e cuidados indicados pelas normas técnicas brasileiras NBR 8289; NBR 8291 e NBR 8292. Cada lote foi amostrado quatro vezes na posição 1 e quatro vezes na posição 2.

Os resultados do controle de qualidade de cada lote do carvão depositado na posição 1 foram comparados com os resultados do carvão depositado na posição 2. Foram obtidas 16 combinações de resultados sendo efetuado o cálculo da diferença do teor de cinzas para cada combinação. Em todos os ensaios foram observadas diferenças significativas entre os resultados da posição 1 e da posição 2. Foi verificado também que, para a maioria dos lotes, as diferenças de resultados existentes entre amostradores para o carvão situado na mesma posição não foram expressivas. Isto indica que as diferenças de teores de cinzas existentes tiveram uma maior influência da posição do carvão.

De acordo com a formulação da teoria da amostragem, as faixas de precisão calculadas deveriam conter, no mínimo, 95 % dos resultados. Em todos os seis ensaios o percentual esteve sempre inferior a 95 %. Houveram lotes em que todas as combinações de resultados tiveram um erro superior ao calculado pela teoria da amostragem. Em vários lotes os resultados obtidos tiveram uma variação bastante superior ao esperado.

Torna-se claro que o teor de cinzas das partículas dispostas na porção superficial da posição 1 é diferente do teor das partículas dispostas na porção superficial da posição 2. Isto anula a hipótese de que as partículas não alcançáveis pela pá apresentam as mesmas características das partículas possíveis de serem alcançadas pela pá.

As precisões calculadas para os seis lotes empregando a teoria da amostragem mostram que, embora os teores de cinzas tenham sido bastante diferentes, não apresentaram grandes variações. A maior precisão obtida foi de  $\pm 1,15\%$  teor de cinzas para o lote 2 e a menor foi de  $\pm 1,46\%$  teor de cinzas para o lote 4.

A precisão da amostragem é variável porque depende da variabilidade existente entre as partículas do lote. A teoria da amostragem mede esta variabilidade e propicia o conhecimento do erro que se pode esperar para uma dada amostragem. No entanto, para que esta medição tenha efeito, é necessário que a amostragem seja efetuada corretamente, também sob o ponto de vista probabilístico. Desta forma, cada partícula componente do lote deve possuir a mesma probabilidade de pertencer ao lote. Este não é o caso da amostragem manual. Assim, neste tipo de amostragem, além da variabilidade existente entre as partículas, os erros de amostragem são influenciados pela disposição das partículas no interior do lote. Como esta disposição é circunstancial, os resultados de qualidade são consequência das circunstâncias que envolvem a deposição do carvão. Em consequência, a precisão da amostragem manual não pode ser estimada, tornando-a inconfiável. Conclui-se que a amostragem manual deve ser banida de qualquer sistema de controle de qualidade.

### **5.2.2 Verificação da existência da significância estatística na amostragem mecânica probabilística**

A teoria da amostragem prega o emprego de amostradores mecânicos automáticos para a realização da amostragem, desde que convenientemente dimensionados, operados e mantidos. Tendo em vista esta premissa, foram efetuados estudos similares aos realizados para a amostragem manual em pilha com o objetivo de verificar os princípios e a formulação defendidos e propostos pela teoria da amostragem.

Os testes foram efetivados através do emprego de amostradores mecânicos instalados nas plantas de lavagem e blendagem da Mina do Recreio. Os dois equipamentos são do tipo transversal de linha reta, estando localizados na descarga de transportadores de correia. As amostras utilizadas nos ensaios caracterizaram o material transportado pelos transportadores de correia em períodos de duas horas. Os incrementos foram tomados em intervalos de 4' na instalação de blendagem e 3' na instalação de lavagem, perfazendo um total de 30 e 40

incrementos respectivamente, durante as 2 h de formação da amostra. Os estudos realizados foram de dois tipos:

- i. comparação dos resultados de amostragem de um mesmo lote, passando duas vezes pelo circuito de blendagem;
- ii. comparação dos resultados de amostragem obtidos por um mesmo lote processado, inicialmente, pela planta de lavagem e, posteriormente, pela planta de blendagem.

### 5.2.2.1 Comparativo dos resultados de amostragem de um mesmo lote passando duas vezes pelo circuito de blendagem

Neste caso, somente a instalação de blendagem foi utilizada. Foram efetuados sete ensaios. Cada ensaio foi executado empregando um lote de carvão contendo aproximadamente 500 toneladas. Para verificar o erro gerado neste tipo de amostragem, cada lote foi passado duas vezes pelo circuito de blendagem. O parâmetro analisado foi o teor de cinzas. A diferença encontrada foi comparada com o erro estimado pela teoria da amostragem. Os resultados dos testes são apresentados na Tabela 5.7.

*Tabela 5.7 Teores de cinza dois processamentos do lote pela planta de blendagem.*

Lote	Teor de cinzas (%)		Diferença
	1 <sup>a</sup> amostragem	2 <sup>a</sup> amostragem	
7	55,23	55,88	0,65
8	55,53	54,67	0,86
9	57,55	58,46	0,91
10	46,46	47,80	1,34
11	51,05	52,38	1,33
12	54,19	52,97	1,22
13	52,07	53,06	0,99

A Tabela 5.8 mostra o cálculo do erro de amostragem esperado empregando-se a metodologia determinada pela teoria da amostragem para o teor de cinzas do carvão do lote 7. O cálculo dos erros esperados para os outros lotes estão detalhados no Anexo B.

As fórmulas empregadas e a identificação de suas variáveis foram apresentadas na seção 5.2.1.2 deste capítulo com exceção da variância do erro de integração ( $s^2EI$ ). A

variância do erro de integração ocorre em lotes unidimensionais, tais como fluxos de correias transportadoras. A variabilidade existente entre as partículas ou grupos de partículas gera o aparecimento de erros de grande escala de observação, onde o erro de integração é um dos erros mais comuns. A formulação para o cálculo da variância do erro de integração foi apresentada na seção 3.6. Serão apresentados exemplos de cálculo do erro de integração na seção 5.4 deste capítulo. A variância do erro de integração encontrada para o lote 7 foi de  $3,08.10^{-5}$ . Assim, a variância do erro de amostragem total do lote 7 é o somatório das variâncias indicadas na tabela 5.8 e é igual a  $1,55.10^{-4}$ . Como consequência, o desvio padrão do erro de amostragem total é  $1,25.10^{-2}$ .

Tabela 5.8 Cálculo das variâncias de erro do lote 7.

	Amostragem GEM	EF Preparação amostra				ESG	EI	EA
		Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4			
$M_E$ (g)	960.000	61.450	14.950	390	1			
$M_L$ (g)	515.000.000	960.000	61.450	14.950	390			
r1	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25			
r2	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30			
a	0,5523	0,5523	0,5523	0,5523	0,5523			
c (g/cm <sup>3</sup> )	1,40	1,40	1,40	1,40	1,40			
d (cm)	6,2	6,2	2,3	0,35	0,025			
d <sub>lib</sub> (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025			
l	0,064	0,064	0,104	0,267	1,000			
f	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50			
g	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25			
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0111	0,0111	0,0182	0,0467	0,1748			
s <sup>2</sup> E	$2,75. 10^{-6}$	$4,03. 10^{-5}$	$1,12.10^{-5}$	$5,00. 10^{-6}$	$2,72. 10^{-6}$	$6,20. 10^{-5}$	$3,08.10^{-5}$	$1,75. 10^{-7}$

A variância e o desvio padrão do erro total são valores relativos. Para determinar o intervalo de erro com 95 % de confiabilidade é necessário converter o desvio padrão relativo para desvio padrão absoluto, assim:

$$(SE \text{ Total})_{\text{absoluto}} = (SE \text{ Total})_{\text{relativo}} \cdot \% \text{ teor de cinzas}$$

$$(SE \text{ Total})_{\text{absoluto}} = 1,25 \cdot 10^{-2} \cdot 55,23\% = 0,69\%$$

Para 95 % de confiabilidade, temos:

$$\text{Intervalo} = ? \cdot 2 \cdot (SE \text{ Total})_{\text{absoluto}} = ? \cdot 1,38 \%$$

Considerando que o carvão do lote 7 ao ser processado pela 1ª vez na planta de blendagem apresentou um teor de cinzas de 55,23 %, espera-se que este lote ao ser processado novamente deveria apresentar um resultado de teor de cinzas inserido dentro do intervalo: 55,23 % ? 1,38 %, ou seja, entre 53,85 % e 56,61 % de cinzas. Verificou-se que, no 2ª

processamento do lote 7 pelo circuito de blendagem, o teor de cinzas obtido (55,88 %) está dentro da faixa de cinzas esperada. Assim, pode-se concluir que o resultado da amostragem efetuada respeitou a precisão calculada pela teoria da amostragem para o protocolo seguido. A Tabela 5.9 mostra os valores da precisão de amostragem calculados para todos os lotes testados, a faixa de cinza admissível e o resultado do teor de cinzas do 2º processamento pelo circuito de blendagem.

*Tabela 5.9 Resultados de teor de cinzas e faixas de precisão.*

Lote	Teor de cinzas (%)			
	1ª amostra	Precisão	Intervalo calculado	2ª amostra
7	55,23	1,38	53,85 - 56,61	55,88
8	55,53	1,21	54,32 - 56,74	54,67
9	57,55	1,29	56,26 - 58,84	58,46
10	46,46	1,34	45,12 - 47,80	47,75
11	51,50	1,43	50,07 - 52,93	52,38
12	54,19	1,48	52,71 - 55,67	52,97
13	52,07	1,44	50,63 - 53,51	53,06

Observa-se que todos os resultados dos ensaios enquadram-se nas estimativas de precisão calculadas pela teoria da amostragem, pois os resultados da segunda amostragem incluem-se no intervalo calculado considerado como admissível.

#### **5.2.2.2 Comparativo dos resultados de amostragem obtidos por um mesmo lote processado pela planta de lavagem e pela planta de blendagem**

Dando prosseguimento à análise comparativa entre os resultados encontrados numa operação industrial com as estimativas de erro calculadas através da teoria da amostragem, foram realizados ensaios com lotes de carvão sendo processados nas plantas de lavagem e de blendagem da Mina do Recreio. Neste caso, cada lote ensaiado foi processado pelas duas instalações de amostragem automática, sendo efetuada a determinação do teor de cinzas de cada lote de carvão. Esses ensaios tiveram o objetivo de simular os controles de qualidade do produtor e do consumidor de carvão, verificando as diferenças entre os resultados obtidos e observando se os mesmos estavam inseridos dentro dos intervalos de erro calculados pela teoria da amostragem. Foram executados oito ensaios. Os carvões testados foram oriundos de



diversas camadas da mina e apresentaram teores de cinzas variando entre 27 % e 43 %. Os resultados dos ensaios executados encontram-se na Tabela 5.10.

A estimativa de precisão do resultado de teor de cinzas de cada lote foi efetuado tanto para a situação do circuito de lavagem quanto para o circuito de blendagem seguindo o mesmo procedimento de cálculo aplicado na seção 5.2.2.1. Os resultados dos cálculos encontram-se no Anexo C. A Tabela 5.11 apresenta os valores de precisão calculados para ambos os processos. Observa-se que o circuito de lavagem apresentou uma variância de erro menor que a blendagem.

Isto deveu-se à maior frequência de tomada de incrementos e a uma maior redução granulométrica do carvão durante o processo de preparação de amostras efetuado no circuito de lavagem. Esta situação leva a seguinte consideração: ou se aceita a precisão de amostragem existente no circuito de blendagem ou o controle de qualidade deste circuito deve ser modificado buscando a mesma precisão do circuito de lavagem.

*Tabela 5.10 Comparativo de teor de cinzas entre duas unidades industriais.*

Lote	Teor de cinzas (%)		Diferença
	Lavagem	Blendagem	
14	42,74	42,86	0,12
15	29,01	28,70	0,31
16	38,21	37,10	1,11
17	27,15	27,16	0,01
18	27,32	27,91	0,59
19	34,35	35,06	0,71
20	26,28	26,11	0,17
21	31,84	30,91	0,93

*Tabela 5.11 Comparativo das precisões dos circuitos de amostragem conforme Gy.*

Lote	Teor de cinzas (%)	
	Lavagem	Blendagem
14	1,16	1,40
15	1,02	1,17
16	1,05	1,30
17	1,13	1,32
18	1,00	1,29
19	1,00	1,24
20	0,87	1,15
21	0,88	1,29

A Tabela 5.12 mostra os teores de cinzas obtidos nas instalações de blendagem e lavagem, a precisão calculada do circuito de blendagem e as faixas de cinzas aceitáveis segundo a precisão calculada pela teoria de Gy. Observa-se que os resultados obtidos no

circuito de lavagem ficaram todos compreendidos no intervalo de precisão calculado pela metodologia da teoria da amostragem. Isto, associado aos resultados obtidos na seção 5.2.2.1, demonstra que a utilização da amostragem probabilística torna possível efetuar uma previsão válida da precisão de amostragem. Mais do que isto, torna possível modificar o protocolo de amostragem e de preparação de amostras no caso da precisão ser insuficiente, buscando uma garantia para a obtenção de valores aceitáveis e, portanto, representativos. No entanto, cabe observar que todos os cuidados referentes ao dimensionamento e operação do amostrador devem ser respeitados, bem como, os cuidados relacionados ao protocolo de preparação de amostras (Gy, 1998).

*Tabela 5.12 Resultados de teor de cinzas e faixas de precisão da blendagem e lavagem.*

Lote	Teor de cinzas (%)			Lavagem
	Blendagem	Precisão	Intervalo calculado	
14	42,86	1,40	41,46 - 44,26	42,74
15	28,70	1,17	27,53 - 29,87	29,01
16	37,10	1,30	35,80 - 38,40	38,21
17	27,16	1,32	25,84 - 28,48	27,15
18	27,91	1,29	26,62 - 29,20	27,32
19	35,06	1,24	33,82 - 36,30	34,35
20	26,28	1,15	25,13 - 27,43	26,11
21	31,84	1,29	30,55 - 33,13	30,91

### 5.3 Verificação das etapas mais críticas do processo de preparação de amostras

Como foi visto no capítulo 3, a variância do erro fundamental é dependente da granulometria e da massa da amostra extraída. Como a operação de preparação de amostras nada mais é do que uma série de etapas de redução de granulometria e de massa da amostra, torna-se claro que os valores da variância do erro fundamental obtidos são função do protocolo de preparação de amostras adotado. Esta seção objetiva testar a preparação de amostras seguindo diferentes protocolos de preparação e comparar os resultados obtidos com as estimativas efetuadas pela teoria da amostragem. Compara-se a precisão calculada pela teoria da amostragem com o erro obtido na preparação da amostra e verifica-se quais foram as etapas mais críticas em cada um dos protocolos de preparação empregados.

Foram executados 12 testes de preparação de amostras sendo desenvolvidos dois fluxogramas. O objetivo de efetuar ensaios com protocolos de preparação de amostras

diferentes foi o de verificar a influência que o tamanho das partículas e a massa de amostra de cada estágio de preparação apresentam sobre a variância do erro do resultado da preparação da amostra. O fluxograma da Figura 5.1 foi empregado na preparação das amostras dos lotes 22 a 28. A amostra foi quarteada gerando duas sub-amostras para cada lote denominadas de *A* e *B*. A sub-amostra *A* (aproximadamente 45 kg) foi totalmente britada abaixo de aproximadamente 0,4 cm para depois ser subdividida nas sub-amostras *A1* e *A2*. A sub-amostra *B*, por sua vez, foi inicialmente dividida nas sub-amostras *B1* e *B2* para depois ser britada (aproximadamente 12 kg) abaixo de 0,4 cm.

O fluxograma da Figura 5.2 definiu o protocolo de preparação das amostras dos lotes 29 a 33. A amostra também foi dividida nas sub-amostras *A* e *B*. A sub-amostra *A* foi toda britada abaixo de 0,4 cm e seguiu o mesmo protocolo da amostra *A* do fluxograma 1. A sub-amostra *B* foi subdividida nas sub-amostras *B1* e *B2*, as quais tiveram suas massas reduzidas até cerca de 2 kg para, somente depois, serem britadas abaixo de 0,4 cm aproximadamente. Os resultados analíticos encontrados estão resumidos na Tabela 5.13. Nessa tabela são apresentados os resultados dos teores de cinzas encontrados para cada sub-amostra de cada lote analisado. Podem ser vistas as diferenças entre os resultados das sub-amostras *A1* e *A2* e das sub-amostras *B1* e *B2*, respectivamente. Também está indicada a precisão estimada pela teoria da amostragem. Os cálculos foram efetuados para cada um dos protocolos de preparação utilizados em cada lote e são apresentados no Anexo D.

*Tabela 5.13 Resultados dos teores de cinza dos fluxogramas 1 e 2.*

Lote	Teor de cinzas (%)							
	A1	A2	Dif. (A1-A2)	Precisão	B1	B2	Dif. (B1-B2)	Precisão
22	32,24	32,28	0,04	0,67	31,56	32,20	0,64	1,29
23	31,03	30,91	0,12	0,59	31,11	31,33	0,22	1,20
24	30,11	30,24	0,13	0,62	29,06	29,70	0,64	1,32
25	30,92	30,77	0,15	0,62	30,90	31,35	0,45	1,28
26	32,42	32,64	0,22	0,58	32,75	32,37	0,38	1,08
27	27,62	27,54	0,08	0,59	27,02	27,13	0,11	1,08
28	35,58	35,88	0,30	0,74	34,49	34,58	0,09	1,42
29	34,70	34,54	0,16	0,58	34,23	34,33	0,10	1,02
30	29,86	29,89	0,03	0,71	28,31	29,86	1,55	1,87
31	39,16	39,97	0,81	0,82	40,68	39,39	1,29	1,60
32	54,13	54,45	0,32	1,21	53,27	56,08	2,81	3,30
33	57,22	57,08	0,14	1,03	57,96	57,31	0,65	2,49

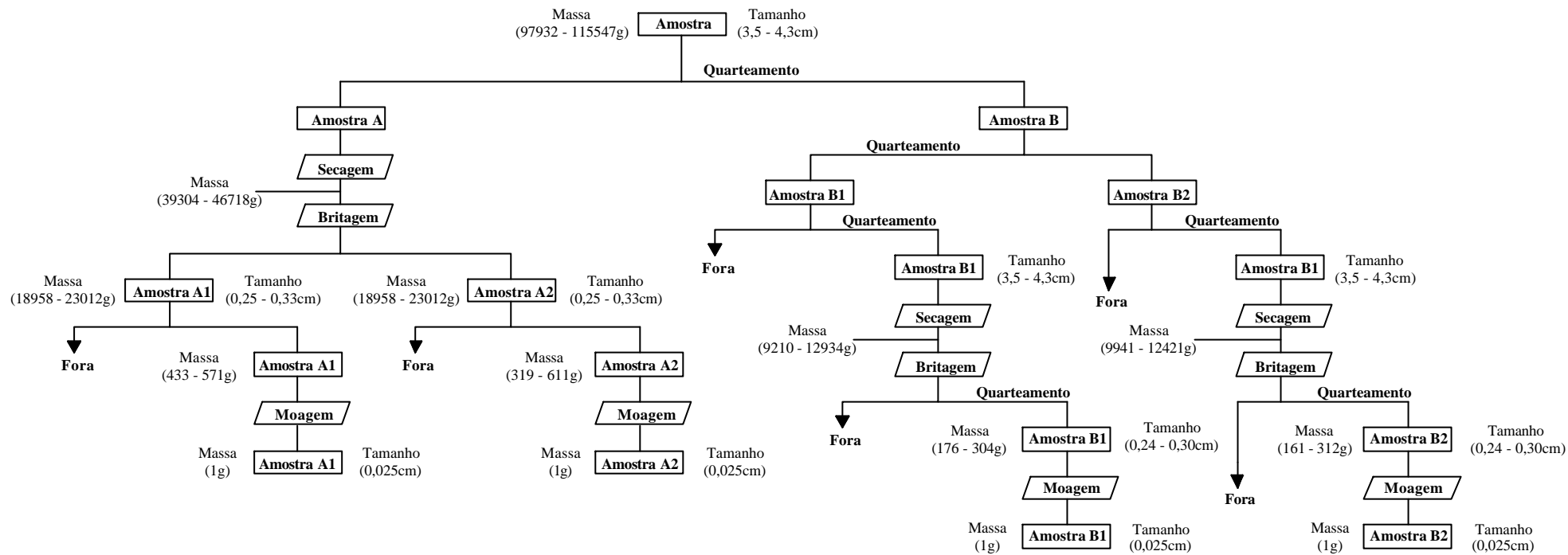


Figura 5.1 Fluxograma de preparação de amostras de carvão dos lotes 22 até 28.

Analisando os resultados obtidos, verifica-se, mais uma vez, que as diferenças de resultados encontradas entre as sub-amostras *A1-A2* e *B1-B2* estiveram de acordo com a precisão estimada pela teoria da amostragem. Observa-se também, que as diferenças obtidas entre *A1-A2* foram quase sempre menores que as obtidas entre *B1-B2*. Isto deveu-se à maior redução de tamanho sofrida pelas sub-amostras *A1* e *A2*. Comparando as diferenças de resultados encontradas entre os fluxogramas 1 (referente aos lotes 22 a 28) e 2 (referente aos lotes 29 a 33), verifica-se que os resultados das sub-amostras *A1* e *A2* tiveram erros semelhantes, pois foram empregados protocolos de preparação de amostras bastante similares. Isto já não ocorreu com as sub-amostras *B1* e *B2*. Neste caso, as sub-amostras que seguiram a fluxograma 2 tiveram sua massa bastante reduzida (2 kg) sem terem sofrido redução de tamanho. Isto fez crescer de modo significativo o erro destes resultados. A Tabela 5.14 mostra os resultados das estimativas das variâncias do erro fundamental de cada estágio do protocolo de preparação.

*Tabela 5.14 Resultados da variância do erro fundamental de cada estágio de preparação.*

Lote	Protocolo A			Protocolo B		
	Estágio			Estágio		
	1º	2º	3º	1º	2º	3º
22	$3,99. 10^{-5}$	$5,82. 10^{-6}$	$7,96. 10^{-6}$	$1,83. 10^{-4}$	$1,72. 10^{-5}$	$8,22. 10^{-6}$
23	$2,88. 10^{-5}$	$8,15. 10^{-6}$	$8,47. 10^{-6}$	$1,55. 10^{-4}$	$2,36. 10^{-5}$	$8,40. 10^{-6}$
24	$3,50. 10^{-5}$	$9,74. 10^{-6}$	$8,89. 10^{-6}$	$2,31. 10^{-4}$	$1,57. 10^{-5}$	$9,38. 10^{-6}$
25	$3,65. 10^{-5}$	$4,95. 10^{-6}$	$8,52. 10^{-6}$	$1,98. 10^{-4}$	$7,60. 10^{-6}$	$8,52. 10^{-6}$
26	$2,82. 10^{-5}$	$4,50. 10^{-6}$	$7,89. 10^{-6}$	$1,18. 10^{-4}$	$1,02. 10^{-5}$	$7,75. 10^{-6}$
27	$3,95. 10^{-5}$	$7,78. 10^{-6}$	$1,02. 10^{-5}$	$1,72. 10^{-4}$	$1,77. 10^{-5}$	$1,05. 10^{-5}$
28	$3,76. 10^{-5}$	$9,60. 10^{-6}$	$6,75. 10^{-6}$	$1,96. 10^{-4}$	$8,08. 10^{-6}$	$7,10. 10^{-6}$
29	$1,87. 10^{-5}$	$9,41. 10^{-6}$	$7,04. 10^{-6}$	$9,24. 10^{-5}$	$1,05. 10^{-5}$	$7,20. 10^{-6}$
30	$5,68. 10^{-5}$	$4,51. 10^{-6}$	$9,00. 10^{-6}$	$2,14. 10^{-3}$	$3,47. 10^{-5}$	$9,74. 10^{-6}$
31	$3,00. 10^{-5}$	$1,93. 10^{-5}$	$5,68. 10^{-6}$	$4,79. 10^{-4}$	$1,47. 10^{-5}$	$5,29. 10^{-6}$
32	$4,92. 10^{-5}$	$1,08. 10^{-5}$	$2,86. 10^{-6}$	$1,91. 10^{-3}$	$6,47. 10^{-6}$	$2,98. 10^{-6}$
33	$3,17. 10^{-5}$	$5,96. 10^{-6}$	$2,48. 10^{-6}$	$9,18. 10^{-4}$	$4,18. 10^{-6}$	$2,40. 10^{-6}$

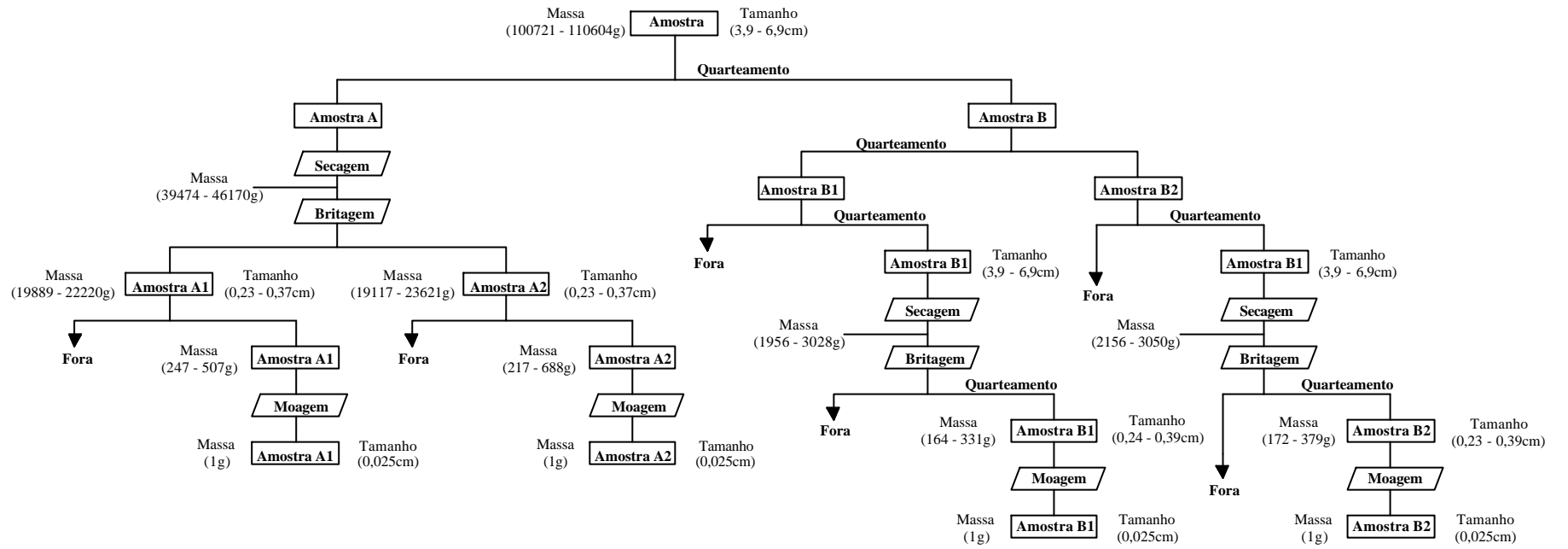


Figura 5.2 Fluxograma de preparação de amostras de carvão dos lotes 29 até 33.

No caso do protocolo *A*, os estágios apresentaram as seguintes características principais:

1º estágio: Massa Inicial = 97.932 a 115.547 g

Massa Final = 39.304 – 46.718 g

Granulometria = 3,5 – 6,9 cm

2º estágio: Massa Inicial = 39.304 – 46.718 g

Massa Final = 217 - 688 g

Granulometria = 0,23 – 0,37 cm

3º estágio: Massa Inicial = 217 – 688 g

Massa Final = 1 g

Granulometria = 0,025 cm

Já para o protocolo *B*, os estágios de preparação da amostra tiveram as seguintes características:

1º estágio: Massa Inicial = 97.932 a 115.547 g

Massa Final = 1.956 – 12.934 g

Granulometria = 3,5 – 6,9 cm

2º estágio: Massa Inicial = 1.956 – 12.934 g

Massa Final = 161 - 379 g

Granulometria = 0,24 – 0,39 cm

3º estágio: Massa Inicial = 161 - 379 g

Massa Final = 1 g

Granulometria = 0,025 cm

Observa-se que os valores da variância do erro fundamental foram sempre maiores no 1º estágio de preparação. Isto ocorreu tanto para o protocolo *A* quanto para o protocolo *B* de preparação e deveu-se a grande redução de massa de amostra para o tamanho (top-size) empregado no 1º estágio de preparação. No caso de se buscar o aumento da precisão da preparação da amostra, a medida mais eficaz consistiria na redução do tamanho das partículas antes de serem efetuados os quarteamentos da amostra que geraram a massa final do 1º estágio. Considerando o que foi visto nesta seção, pode-se concluir que a definição do

protocolo de preparação de amostras é fundamental para a obtenção do nível de precisão desejado e que a granulometria é fator decisivo no controle da precisão desejada.

#### **5.4 Determinação do erro de integração segundo a teoria da amostragem**

As seções anteriores deste capítulo objetivaram verificar a adequação do emprego da teoria da amostragem na determinação da variância dos chamados erros de pequena escala de observação – erro fundamental e erro de segregação e grupamento. Porém, como a forma mais usual para a obtenção de amostras probabilisticamente corretas existente é a amostragem de fluxos em correias transportadoras, a variabilidade existente neste tipo de amostragem entre as partículas e grupos de partículas provoca a ocorrência do erro de grande escala de observação ou erro de integração. O Capítulo 3, em suas seções 6 e 7, focou o tratamento teórico-matemático para a determinação do erro de integração com base na formulação matemática desenvolvida por Pierre Gy (1992). Esta seção tem por objetivo:

- i. a determinação do grau da variância do erro de integração em alguns tipos de carvões brasileiros;
- ii. a verificação da aplicabilidade da metodologia definida pela teoria da amostragem na determinação da variância do erro de integração.

##### **5.4.1. Determinação do grau de variância do erro de integração em carvões brasileiros**

Foram realizados seis ensaios empregando carvões com teores de cinzas médios variando de 27 % a 57 %. O carvão foi amostrado através de amostradores mecânicos automáticos de linha reta empregando a forma de seleção sistemática. Foram definidos diferentes intervalos de tempo de tomada de incrementos. Isto foi feito para propiciar a verificação do grau de variância do erro de integração. Os intervalos de tempo escolhidos variaram de um 1' até 6'. A Tabela 5.15 apresenta os resultados de teor de cinzas de cada incremento coletado do lote 36.

Lote: lote 36;

Carvão: lavado;

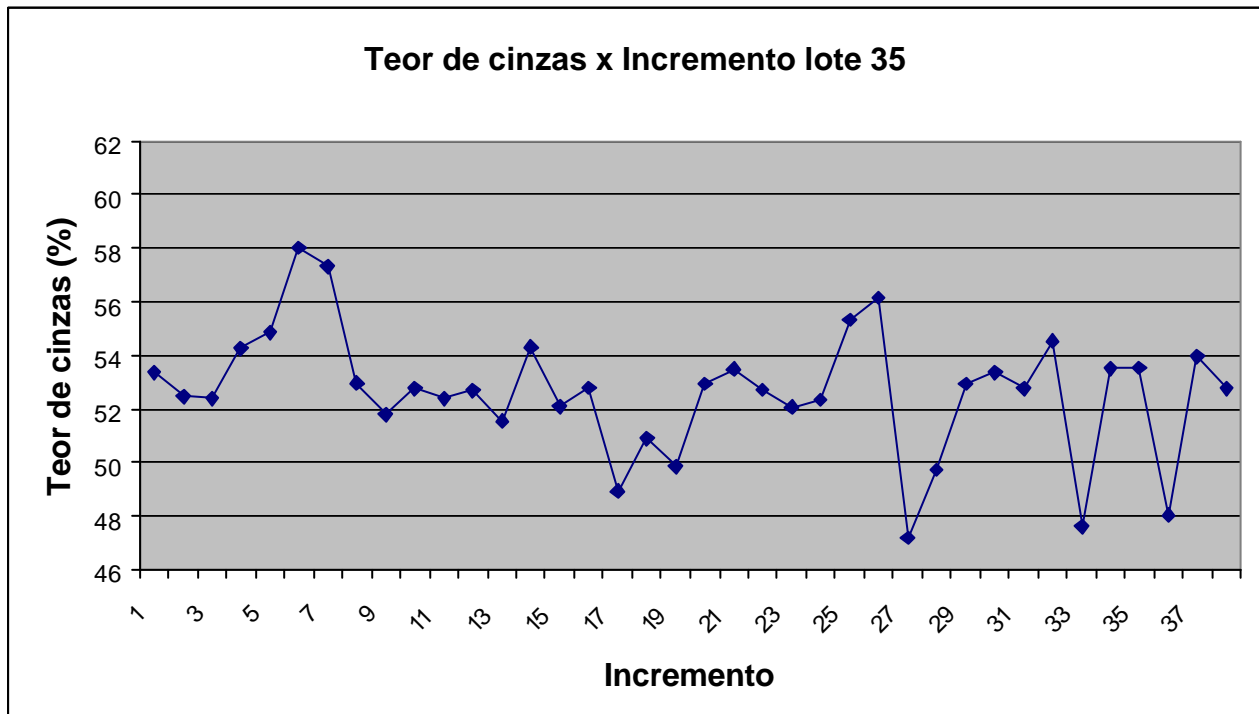
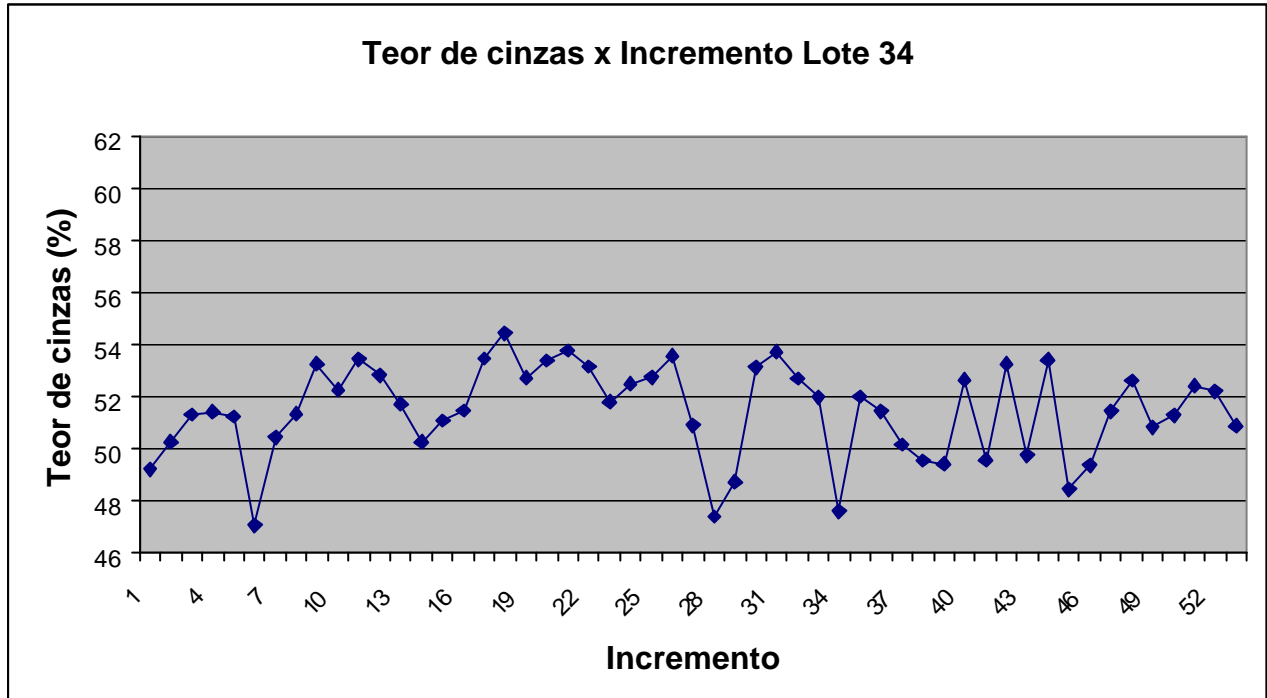


Frequência incremento: 3 minutos.

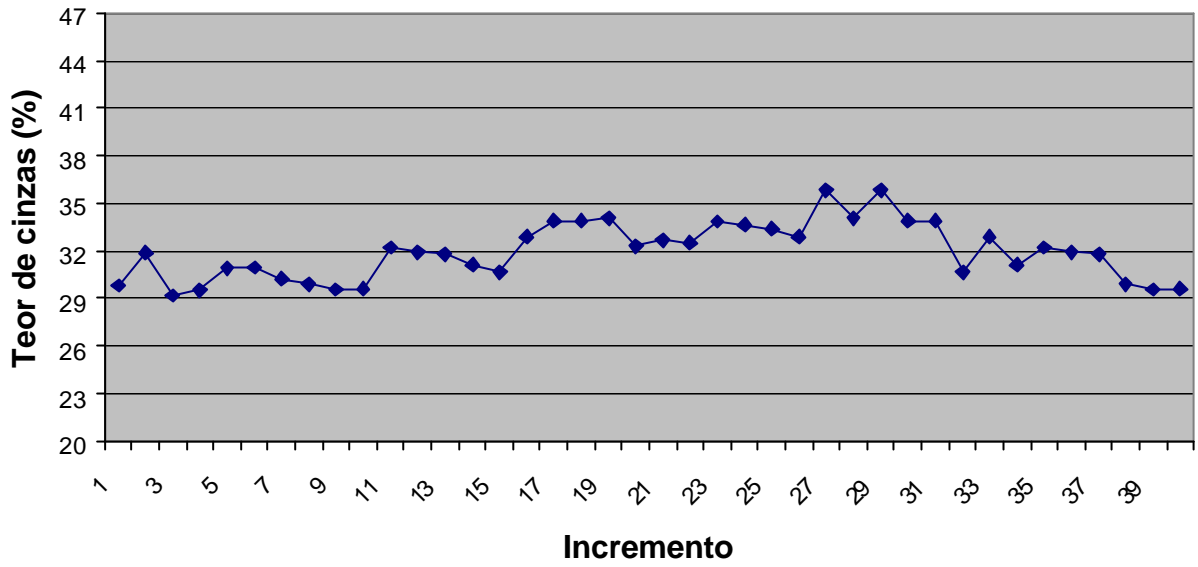
*Tabela 5.15 Resultados do teor de cinzas por incremento coletado do lote 36.*

Incremento	Teor de cinzas (%)
1	29,82
2	31,88
3	29,18
4	29,53
5	30,91
6	30,95
7	30,24
8	29,90
9	29,58
10	29,60
11	32,22
12	31,92
13	31,80
14	31,10
15	30,98
16	32,88
17	33,88
18	33,91
19	34,07
20	32,29
21	32,66
22	32,52
23	33,86
24	33,66
25	33,37
26	32,88
27	35,85
28	34,07
29	35,85
30	33,88
31	33,91
32	30,68
33	32,88
34	31,10
35	32,22
36	31,92
37	31,80
38	29,90
39	29,58
40	29,60
Média	31,96
Máximo	35,85
Mínimo	29,18

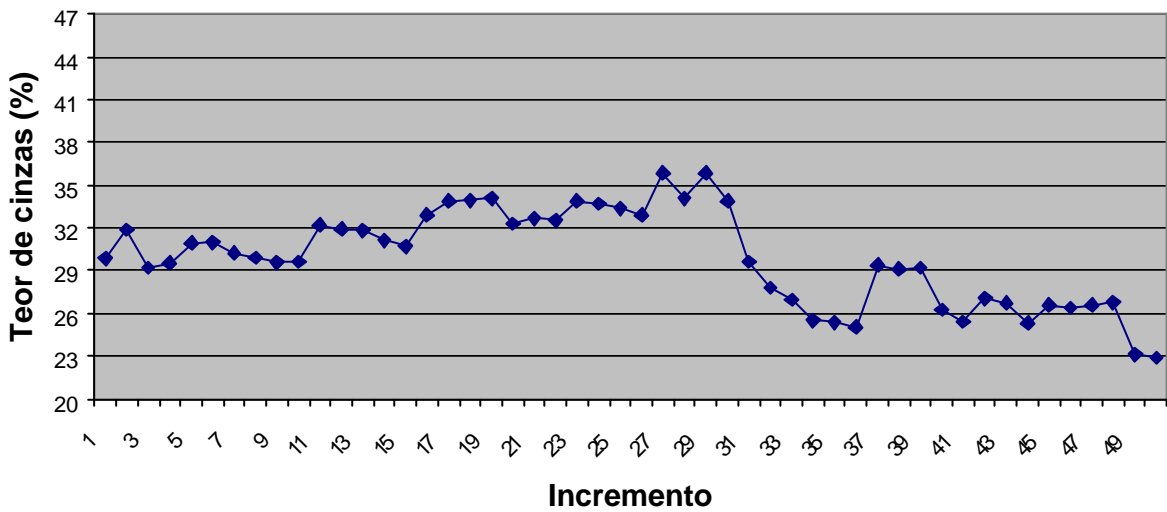
Os resultados dos teores de cinzas dos incrementos coletados dos lotes 33; 34; 35; 38 e 39 são apresentados no Anexo E. A Figura 5.3 mostra os gráficos dos resultados de todos os seis lotes estudados.



**Teor de cinzas x Incremento lote 36**



**Teor de cinzas x Incremento lote 37**



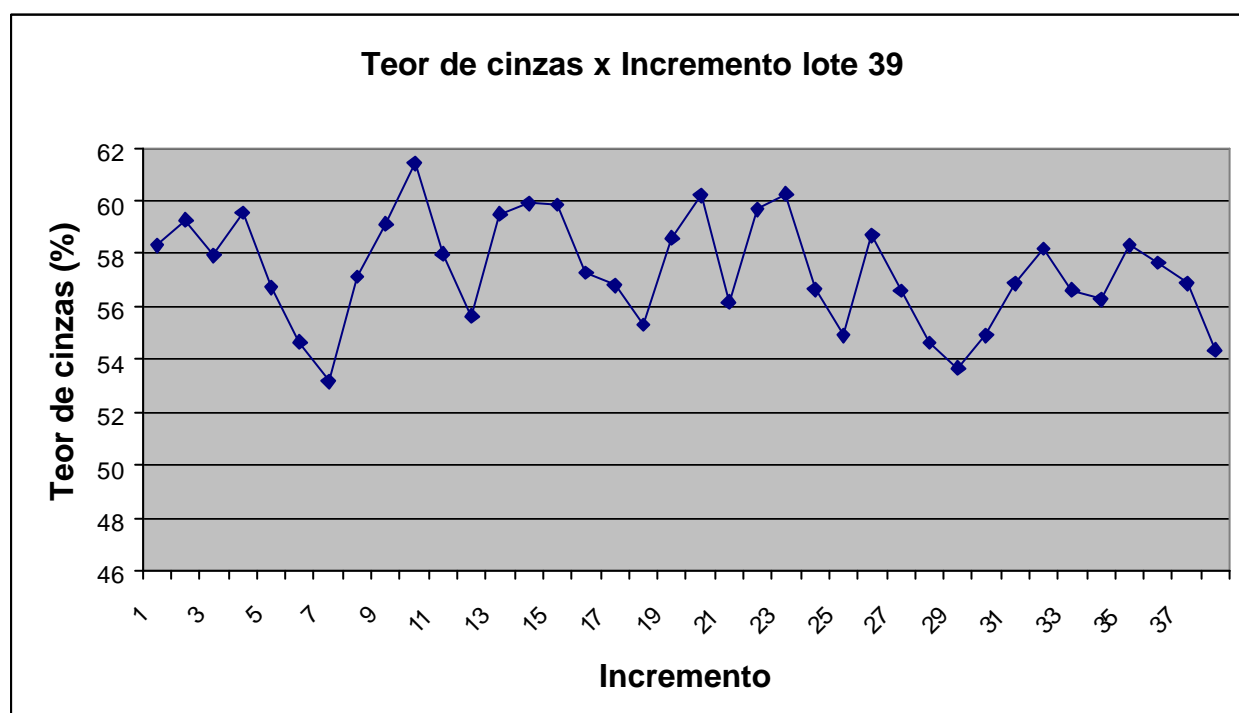
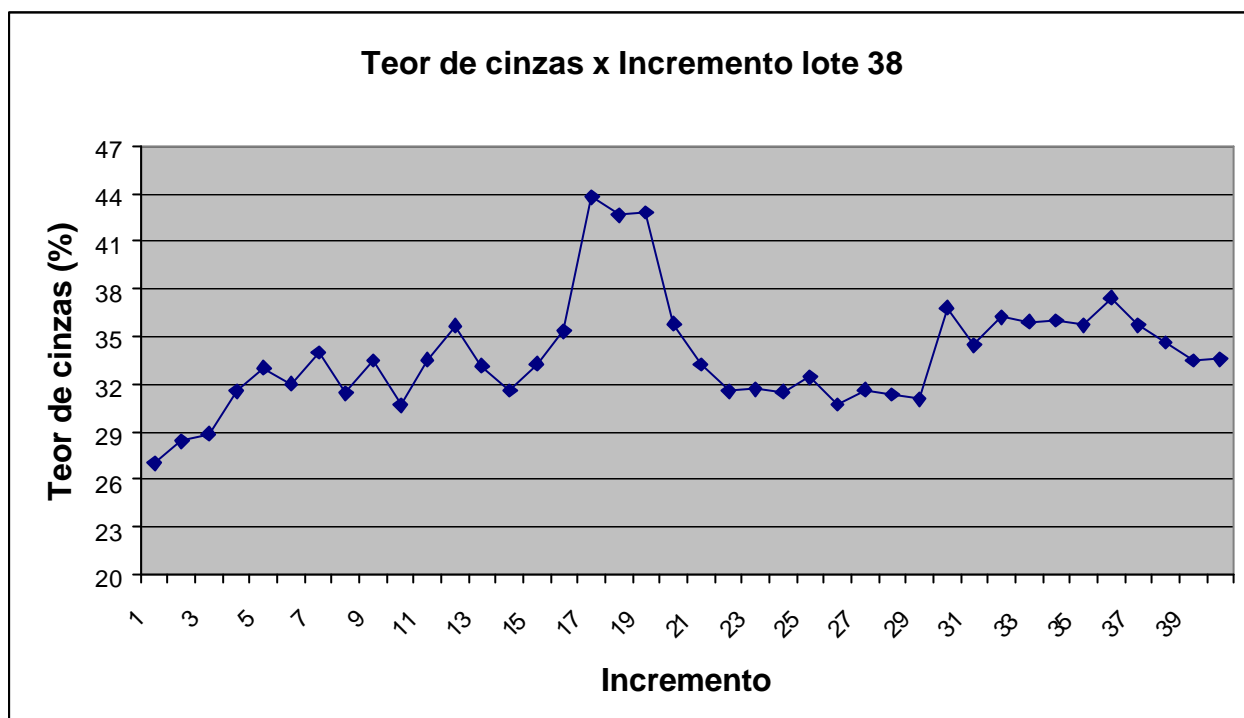


Figura 5.3 Gráficos do teor de cinzas por incremento de cada lote estudado.

A partir dos resultados de teor de cinzas de cada incremento mostrados anteriormente foi efetuado o cálculo do variograma de cada um dos lotes. Os variogramas dos seis lotes ensaiados são mostrados na Figura 5.4. O variograma caracteriza a heterogeneidade unidimensional do teor de cinzas do carvão coletado na descarga de transportadores de correia. Os incrementos coletados podem ser considerados como se estivessem dispostos

sobre um eixo temporal. O variograma é uma função do tempo existente entre dois pontos localizados sobre o eixo e expressa a correlação entre qualquer par de pontos dispostos sobre este eixo. Todos os ensaios tiveram seus incrementos tomados em intervalos sistemáticos de tempo. Os intervalos empregados e o número de incrementos coletados foram:

- lote 34: intervalos de 1 minuto, totalizando 53 incrementos coletados;
- lote 35: intervalos de 5 minutos, totalizando 38 incrementos coletados;
- lote 36: intervalos de 3 minutos, totalizando 40 incrementos coletados;
- lote 37: intervalos de 4 minutos, totalizando 50 incrementos coletados;
- lote 38: intervalos de 4 minutos, totalizando 40 incrementos coletados;
- lote 39: intervalos de 6 minutos, totalizando 38 incrementos coletados.

Todos os incrementos de cada ensaio foram pesados e tiveram o seu teor de cinzas determinado. Como as variações de peso dos incrementos foram sempre inferiores a 20 %, a heterogeneidade de composição  $h_q$  não foi levada em consideração nos cálculos do variograma. Os cálculos dos variogramas foram efetuados empregando:

$$\gamma(j) = \frac{1}{2Q} \sum_{q=1}^{Q-j} (h(q+j) - h(q))^2 \quad (5.9)$$

onde:  $\gamma(j)$  = variograma do “lag”  $j$ ;

$Q$  = número de incrementos;

$j$  = “lag” ou intervalo de tempo que separa dois pontos situados no mesmo eixo de tempo.

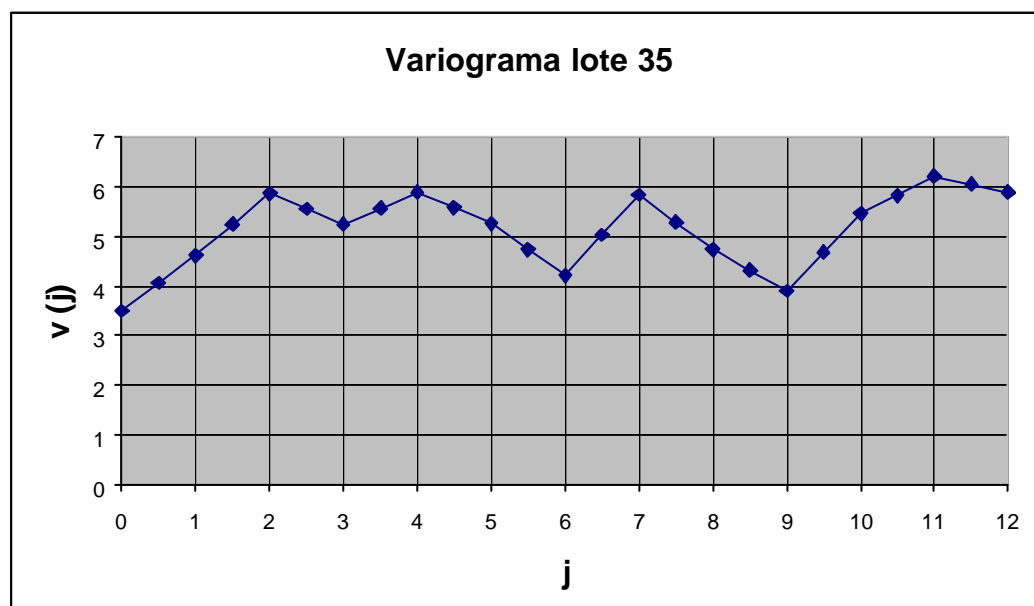
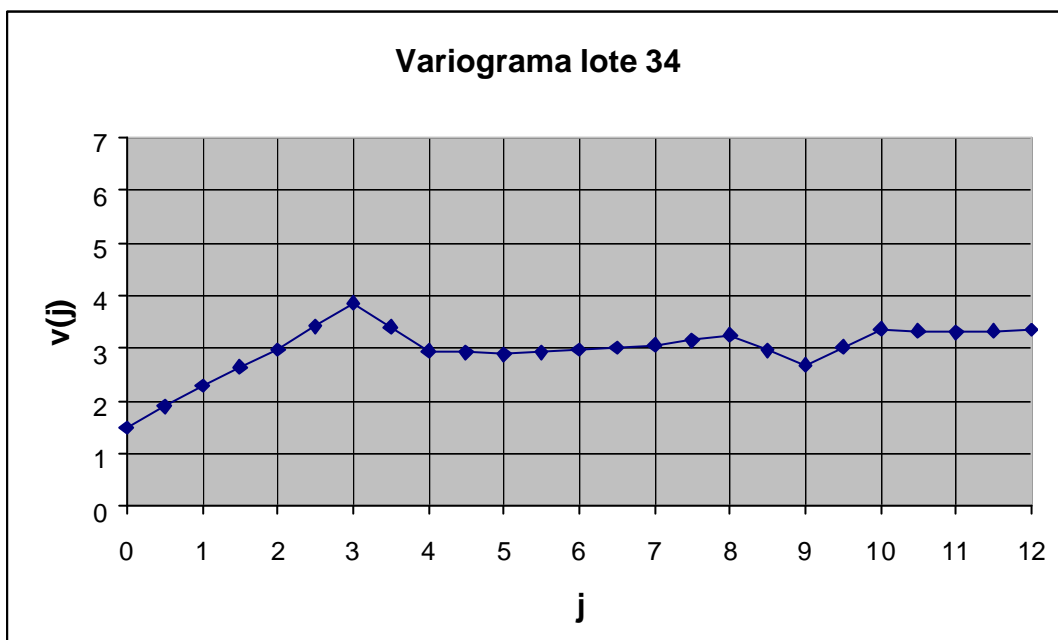
$h(q+j)$ ,  $q$  = diferença entre os resultados de teor de cinzas do incremento  $q$  e o incremento  $q+j$ .

Os gráficos da Figura 5.4 mostram os resultados encontrados para os primeiros doze “lags”. O valor da ordenada  $\gamma(0)$  do variograma foi estimado para cada um dos lotes através da extrapolação da reta formada pela união dos pontos iniciais do variograma (efeito pepita). O variograma foi empregado como base para o cálculo das chamadas funções auxiliares do variograma, para o cálculo da função de geração de erro  $W(j)$  e, finalmente, para o cálculo da variância do erro de integração. A técnica empregada para a realização dos cálculos das

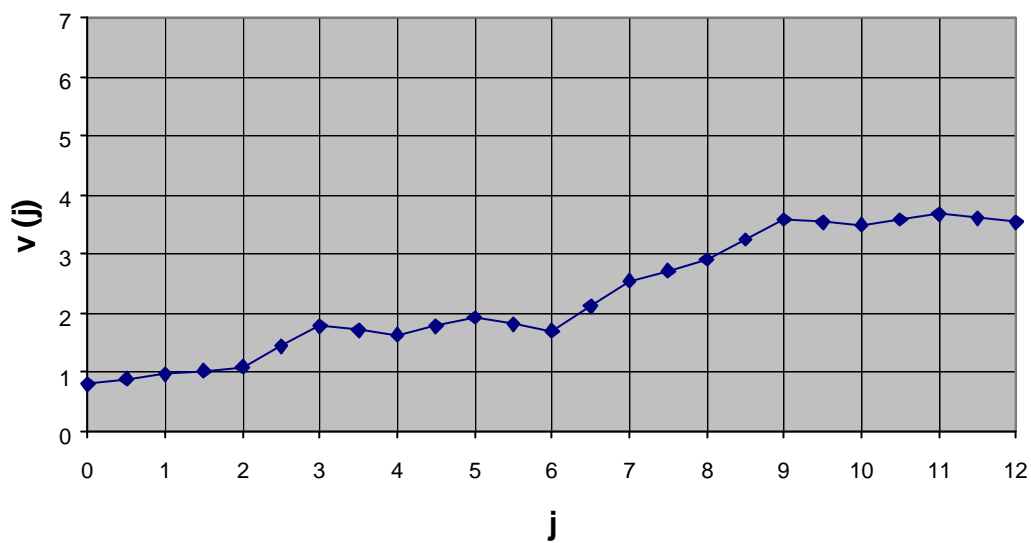
funções auxiliares  $S(j)$ ;  $w(j)$ ;  $S'(j)$  e  $w'(j)$  foi mostrada nas seções 3.6.9 e 3.6.10 do capítulo 3 e está inteiramente baseada na estimativa ponto-a-ponto da integral. A seleção sistemática foi o tipo de seleção de amostras empregado em todos os testes. Desta forma, a função de geração de erro  $W(j)$  foi calculada através da seguinte fórmula:

$$W(j) = \frac{2w(j)}{j} - \frac{w'(j)}{j} \quad (5.10)$$

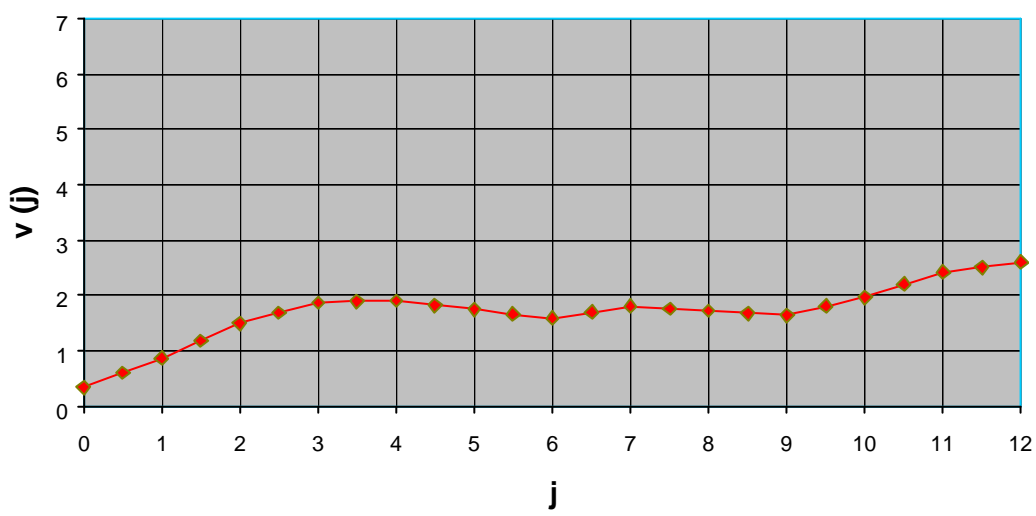
onde:  $w$  é o valor médio da integral  $S(j)$  e  $w'$  é o valor médio da integral  $S'(j)$ .



Variograma lote 36



Variograma lote 37



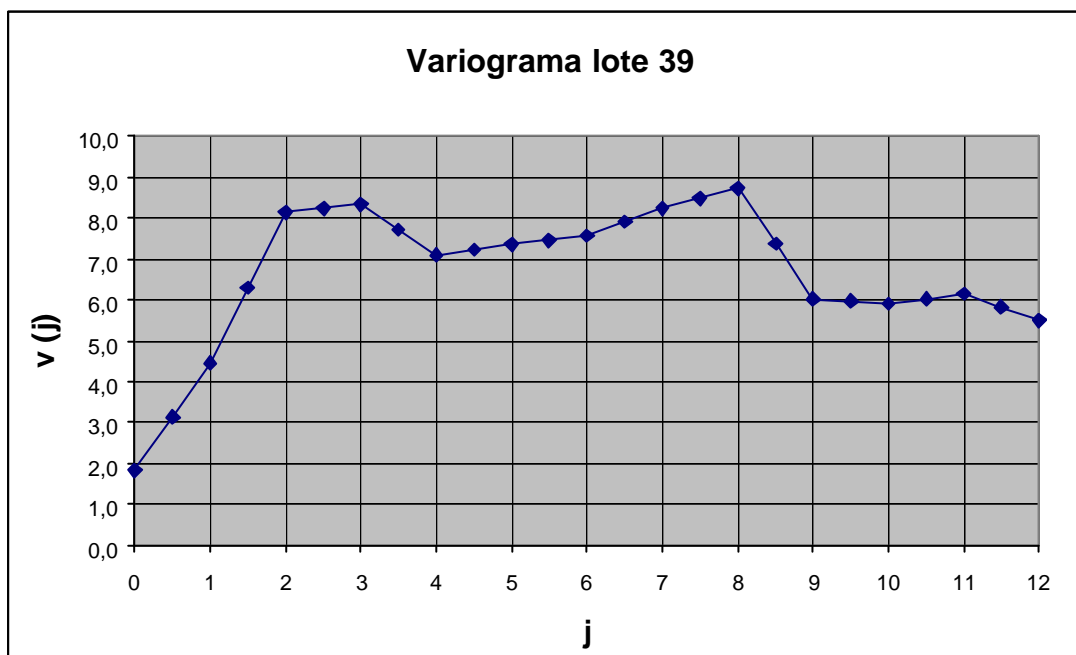
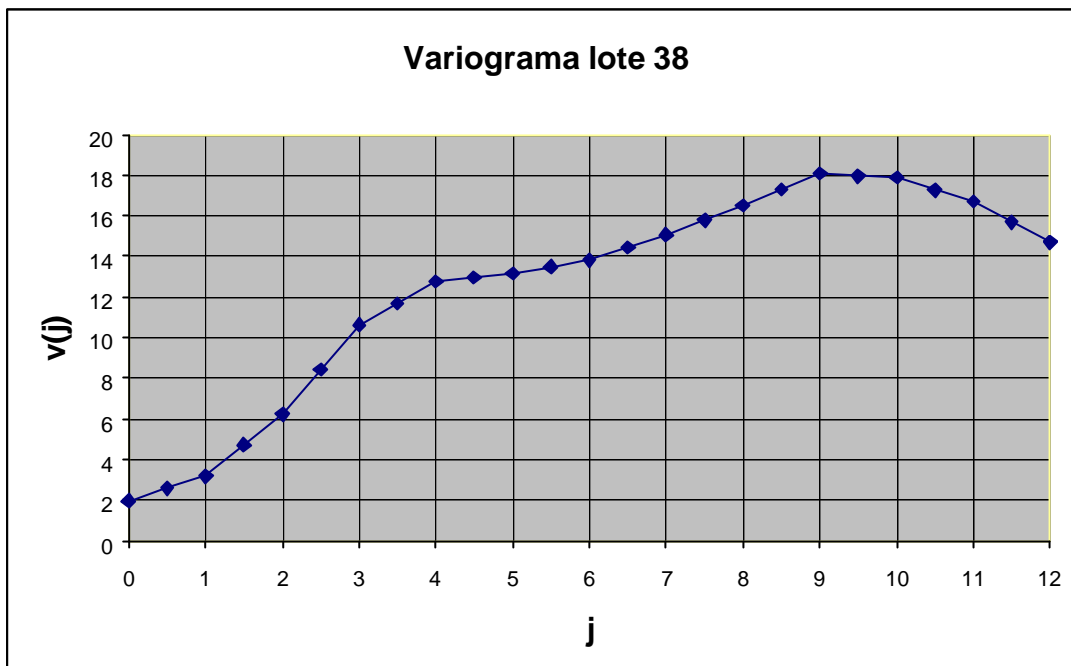


Figura 5.4 Variogramas dos lotes 34, 35, 36, 37, 38 e 39.

Finalmente, o valor da função de geração de erro  $W(j)$  calculado para cada “lag” do variograma, ao ser subdividido pelo número de incrementos utilizados, resulta no valor da variância do erro de integração para o intervalo de tempo de cada “lag”. A Tabela 5.16 apresenta o cálculo da variância do erro de integração do lote 36. Os cálculos efetuados para os outros lotes encontram-se no Anexo F.



Observa-se para o lag ( $j = 1$ ) uma variância do erro de integração absoluta de  $2,278 \cdot 10^{-2}$ . Na medida que o “lag” foi aumentando, o valor da variância de erro também aumentou. Como consequência, a precisão da amostragem foi sendo reduzida. No caso do lote 36, considerando a variabilidade existente entre as partículas e grupos de partículas, considerando a seleção sistemática dos incrementos e considerando que todos os outros tipos de erros inexistam, a precisão da amostragem para o “lag” igual a um (tomada de incrementos a cada três minutos) é de  $\pm 0,30\%$  teor de cinzas, enquanto que para um lag igual a doze a precisão é de  $\pm 1,17\%$  teor de cinzas, para um intervalo de confiança de  $95\%$ .

#### **5.4.2 Verificação da aplicabilidade da metodologia definida pela teoria da amostragem na determinação da variância do erro de integração**

Na seção anterior foram efetuadas as determinações da variância do erro de integração e da precisão de amostragem de seis lotes de carvão mineral tendo por base a teoria da amostragem de Pierre Gy. Esta seção, por sua vez, verificará se as variâncias do erro de integração e as precisões calculadas são capazes de comportar os resultados a serem encontrados para cada lote. Para efetuar esta verificação, o lote 36 continuou sendo tomado como exemplo. Este lote teve a sua amostragem efetuada através da tomada de incrementos em intervalos de três minutos. Os resultados de teor de cinzas de cada incremento foram apresentados na Tabela 5.15.

Consideremos que os resultados de cada incremento não apresentam nenhum tipo de erro, seja erro fundamental, de segregação e grupamento ou erro de análise. Isto quer dizer que o resultado do lote é a média dos resultados dos incrementos mais ou menos a precisão calculada, a qual está baseada na variância do erro de integração. Como já vimos, o lote 36 apresenta uma precisão para o lag igual a um de  $\pm 0,30\%$  teor de cinzas, ou seja:  $31,96\% \pm 0,30\%$  teor de cinzas.

Tabela 5.16 Cálculo do erro de integração do lote 36.

j	v(j)	S(j)	w(j)	S'(j)	w'(j)	2w(j/2)	W <sub>sy</sub> (j)	Período	t (minutos)	N <sup>o</sup> incrementos	Teor de cinzas			
											s <sup>2</sup> (IE) <sub>sy</sub>	s(IE) <sub>sy</sub>	S <sub>st</sub> 95% conf.	
0	0,8500	0,0000	0,8500	0,0000	0,85000	1,70000								
0,5	0,9110	0,4555	0,9110								Indeterminado			
1	0,9721	0,9110	0,9110	0,4555	0,91105	1,82209	0,91105	1	3	40	2,278. 10 <sup>-2</sup>	0,15092	0,30	
1,5	1,0351	1,4286	0,9524											
2	1,0981	1,9462	0,9731	1,8841	0,94207	1,82209	0,88003	2	6	20	4,400. 10 <sup>-2</sup>	0,20977	0,42	
2,5	1,4407	2,6665	1,0666											
3	1,7833	3,3869	1,1290	4,5507	1,01126	1,90481	0,89355	3	9	13	6,702. 10 <sup>-2</sup>	0,25888	0,52	
3,5	1,7101	4,2419	1,2120											
4	1,6368	5,0969	1,2742	8,7926	1,099071	1,94617	0,84710	4	12	10	8,471. 10 <sup>-2</sup>	0,29105	0,58	
4,5	1,7837	5,9888	1,3308											
5	1,9305	6,8806	1,3761	14,7813	1,182506	2,13322	0,95071	5	15	8	1,188. 10 <sup>-1</sup>	0,34473	0,69	
5,5	1,8151	7,7881	1,4160											
6	1,6996	8,6957	1,4493	22,5695	1,253858	2,25792	1,00406	6	18	7	1,506. 10 <sup>-1</sup>	0,38808	0,78	
6,5	2,1234	9,7574	1,5011											
7	2,5472	10,8191	1,5456	32,3268	1,319462	2,424	1,10449	7	21	6	1,933. 10 <sup>-1</sup>	0,43964	0,88	
7,5	2,7278	12,1830	1,6244											
8	2,9083	13,5469	1,6934	44,5098	1,390931	2,548	1,15754	8	24	5	2,315. 10 <sup>-1</sup>	0,48115	0,96	
8,5	3,2486	15,1712	1,7848											
9	3,5890	16,7955	1,8662	59,6810	1,473605	2,662	1,18807	9	27	4	2,673. 10 <sup>-1</sup>	0,51703	1,03	
9,5	3,5438	18,5674	1,9545											
10	3,4986	20,3393	2,0339	78,2484	1,564968	2,752	1,18727	10	30	4	2,968. 10 <sup>-1</sup>	0,54481	1,09	
10,5	3,5913	22,1349	2,1081											
11	3,6841	23,9306	2,1755	100,3833	1,659228	2,832	1,17282	11	33	4	3,225. 10 <sup>-1</sup>	0,56791	1,14	
11,5	3,6134	25,7373	2,2380											
12	3,5427	27,5440	2,2953	126,1207	1,751676	2,899	1,14688	12	36	3	3,441. 10 <sup>-1</sup>	0,58657	1,17	

Como o procedimento de cálculo da variância do erro de integração possibilita estimar variâncias de erro para intervalos de tempo maiores que o efetivamente empregado, é possível estimar também a precisão da amostragem destes intervalos. A Tabela 5.17 apresenta as estimativas dos valores de precisão e faixas de teores de cinzas para cada intervalo de tempo simulado.

Tabela 5.17 Estimativas de precisão da amostragem por intervalo de tempo – lote 36.

“Lag”	Intervalo de tempo (min)	Teor de cinzas médio (%)	Precisão +/- (%)	Faixa de teor de cinzas
2	6	31,96	0,42	31,54 - 32,38
3	9	31,96	0,52	31,44 - 32,48
4	12	31,96	0,58	31,38 - 32,54
5	15	31,96	0,69	31,27 - 32,65
6	18	31,96	0,78	31,18 - 32,74
7	21	31,96	0,88	31,08 - 32,84
8	24	31,96	0,96	31,00 - 32,92
9	27	31,96	1,03	30,93 - 32,99
10	30	31,96	1,09	30,87 - 33,05

A Figura 5.5 apresenta a seqüência de incrementos amostrados em cada lote e identifica a formulação de cálculo das médias do teor de cinzas desta seqüência para o lag igual a dois.

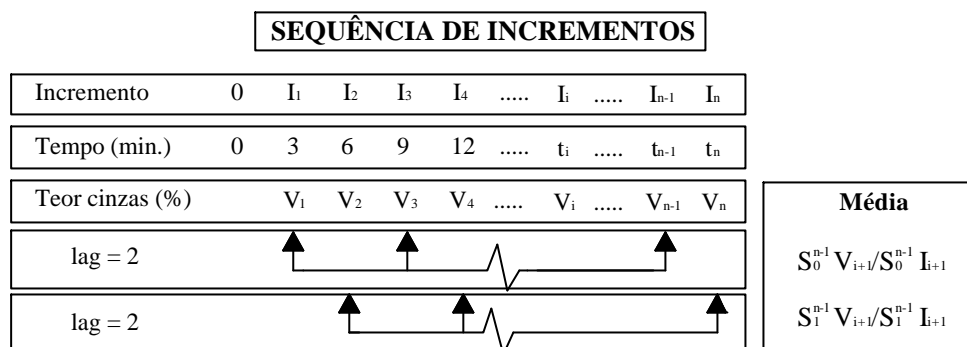


Figura 5.5 Médias de cinzas para lag igual a dois.

Considerando a Figura 5.5 e os dados da Tabela 5.15, é possível calcular vários resultados dos teores de cinzas para a seqüência de incrementos analisada, simplesmente ao aumentarmos o tempo do intervalo de tomada de incrementos (“lag”) adotado.

O lote 36 foi amostrado com tomada de incrementos a cada três minutos durante 2 h de operação da planta de lavagem. Foram coletados 40 incrementos. Se considerássemos, por exemplo, este lote amostrado com incrementos tomados a cada seis minutos, seria possível calcular duas médias de teor de cinzas (31,71 % e 32,22 %). Se considerássemos este lote amostrado com incrementos tomados a cada 9 minutos, poderíamos calcular três médias de teor de cinzas (31,74 %; 32,05 % e 32,12 %) e assim por diante. Estas médias, uma vez calculadas, podem ser comparadas com as fixas de teores de cinzas estimadas através da teoria da amostragem mostradas na Tabela 5.16. Verifica-se que praticamente todas as médias de teor de cinzas obtidas na amostragem efetuada ficaram inseridas dentro do intervalo de precisão calculado pela teoria da amostragem, conforme pode ser visto na Tabela 5.18. Somente um valor do “lag” 6 (33,16%) apresentou-se maior que o limite calculado (32,74 %). Como os cálculos de precisão foram efetuados para uma confiabilidade de 95 %, é de se esperar que de um a dois resultados possam ficar fora da faixa de precisão.

Tabela 5.18 Resultados da amostragem e faixas de precisão do lote 36.

		Teor de cinzas (%)									
Freq.		Resultados de amostragem						Erro de integração			
Lag	Minutos	Faixa de teor de cinzas									
1	3	31,96								31,66 - 32,26	
2	6	32,22	31,71						31,54 - 32,38		
3	9	31,74	32,12	32,05				31,44 - 32,48			
4	12	32,26	31,77	32,18	31,65			31,38 - 32,54			
5	15	32,16	32,35	31,94	31,81	31,57			31,27 - 32,65		
6	18	32,14	31,23	31,49	31,33	33,16	32,71			31,18 - 32,74	
7	21	31,78	32,31	31,69	31,55	32,04	32,40	32,06			31,08 - 32,84

A análise efetuada com os resultados dos incrementos do lote 36 foi estendida para todos os outros lotes ensaiados e é apresentada na Tabela 5.19. Observa-se que praticamente todos os resultados médios de teor de cinzas obtidos na amostragem se inseriram no intervalo de precisão estimado pela teoria da amostragem. Além do lote 36, as exceções encontram-se nos lotes 35 e 38 com uma ocorrência e no lote 37 com duas ocorrências. Os outros lotes tiveram todos os seus resultados inseridos no intervalo de precisão calculado. Embora tenham ocorrido algumas exceções pode-se considerar como bastante satisfatórios os resultados obtidos.

*Tabela 5.19 Resultados de amostragem e faixas de precisão calculadas.*

Lote 34		Teor de cinzas (%)										
Freq.		Resultados de amostragem							Erro de integração			
Lag	Minutos								Faixa de teor de cinzas			
1	1	51,46								51,08 - 51,84		
2	2	51,35	51,57								50,95 - 51,97	
3	3	51,05	51,58	51,76							50,79 - 52,13	
4	4	51,14	51,19	51,58	51,95						50,68 - 52,24	
5	5	51,38	51,90	51,16	51,02	51,83					50,51 - 52,41	
6	6	51,26	51,77	51,40	50,84	51,39	52,16				50,37 - 52,55	
7	7	50,75	51,99	51,68	51,80	52,38	50,39	51,14			50,25 - 52,67	
Lote 35		Teor de cinzas (%)										
Freq.		Resultados de amostragem							Erro de integração			
Lag	Minutos								Faixa de teor de cinzas			
1	5	52,65								52,00 - 53,30		
2	10	52,29	53,01							51,76 - 53,54		
3	15	53,07	53,14	51,66						51,49 - 53,81		
4	20	52,39	53,70	52,18	52,25					51,28 - 54,02		
5	25	53,38	52,48	51,25	52,72	53,55				51,07 - 54,23		
6	30	53,45	53,73	50,77	52,63	52,46	52,56			50,89 - 54,41		
7	35	52,02	52,74	52,00	53,48	52,23	52,64	53,68			50,72 - 54,58	
Lote 37		Teor de cinzas (%)										
Freq.		Resultados de amostragem							Erro de integração			
Lag	Minutos								Faixa de teor de cinzas			
1	4	27,80								27,58 - 28,02		
2	8	27,87	27,74							27,53 - 28,07		
3	12	27,86	27,57	27,99					27,40 - 28,20			
4	16	27,69	27,85	28,07	27,63				27,32 - 28,28			
5	20	27,76	28,65	28,15	27,17	27,30				27,20 - 28,40		
6	24	27,82	27,44	28,07	27,91	27,71	27,91			27,09 - 28,51		
7	28	27,42	28,30	28,82	28,42	27,52	27,17	27,02			26,98 - 28,62	
Lote 38		Teor de cinzas (%)										
Freq.		Resultados de amostragem							Erro de integração			
Lag	Minutos								Faixa de teor de cinzas			
1	4	33,82								33,31 - 34,33		
2	8	33,90	33,73							33,18 - 34,46		
3	12	33,53	33,64	34,30					32,93 - 34,71			
4	16	33,88	33,49	33,93	33,97				32,84 - 34,80			
5	20	32,95	34,61	33,70	33,93	33,89				32,53 - 35,11		
6	24	34,21	32,66	32,84	32,85	34,79	36,00			32,31 - 35,33		
7	28	31,96	33,56	33,97	34,97	35,27	33,70	33,16			31,96 - 35,68	

Lote 39		Teor de cinzas (%)							
Lag	Freq. Minutos	Resultados de amostragem						Erro de integração Faixa de teor de cinzas	
1	6	57,36							56,78 - 57,94
2	12	57,28	57,44						56,66 - 58,06
3	18	57,46	57,81	56,75					56,29 - 58,43
4	24	56,87	57,44	57,73	57,43				56,05 - 58,67
5	30	57,20	57,03	56,96	57,67	58,05			55,72 - 59,00
6	36	56,89	58,25	57,71	58,13	57,29	55,80		55,45 - 59,27
7	42	57,71	57,95	57,33	57,19	57,25	57,44	56,44	55,24 - 59,48

Conclui-se que, dada a quase totalidade dos resultados obtidos se enquadrarem dentro do intervalo de precisão estimado, a metodologia de determinação da variância do erro de integração pode ser aplicada no processo de cálculo do erro total da amostragem e em todos os outros cálculos em que o conhecimento do valor desta variância seja necessário.

Deve ser observado que existem situações em que o dimensionamento do sistema de amostragem deverá ser realizado sem ser possível a utilização dos cálculos de determinação do erro de integração. A situação ocorre quando do dimensionamento do sistema de amostragem de uma jazida nova, onde não é conhecida a variabilidade do carvão. Nestes casos deve ser assumido um valor para a variância do erro da integração. Tendo por base as medições efetuadas com o carvão da jazida do Recreio, sugere-se que a variância do erro relativo de integração seja igual a  $5.10^{-5}$ .

### **5.5 Análise das normas brasileiras de amostragem e preparação de amostras de carvão mineral**

No capítulo 5, em suas seções anteriores, foram verificadas e validadas as metodologias de cálculo da teoria da amostragem para a determinação das variâncias do erro fundamental, do erro de segregação e grupamento e do erro de integração. Também confirmou-se que a utilização da amostragem não-probabilística não garante a obtenção de uma determinada precisão de amostragem e, em consequência, não garante a obtenção de amostras representativas. Dando continuidade a este capítulo, será efetuada uma análise das normas brasileiras NBR 8291/83 e NBR 8292/83 referentes à amostragem de carvão bruto e/ou beneficiado e à preparação da amostra de carvão mineral para análise e ensaios, respectivamente.

### **5.5.1 Análise da norma NBR 8291/83 de amostragem de carvão mineral bruto e/ou beneficiado**

A análise da Norma NBR 8291/83 pode ser dividida em quatro partes:

- i. definição do tipo de amostragem – manual ou mecânica;
- ii. definição dos tipos de amostradores ou formas de tomada de incrementos aceitáveis;
- iii. definição do número de incrementos, massa do incremento e massa de amostra mínimos aceitáveis para determinadas faixas de granulometria;
- iv. definição de formas de inspeção e medição da precisão.

O primeiro ponto que deve ser examinado se refere ao tipo de amostragem empregado. A norma NBR 8291/83 define que a amostra representativa do lote pode ser coletada através do emprego de amostradores mecânicos automáticos ou através da amostragem manual em pilhas, vagões ou caminhões. Como já vimos na seção 5.2 deste capítulo, a amostragem manual deveria ser abolida da norma, uma vez que não garante a obtenção de resultados representativos. Com exceção da amostragem manual em correias transportadoras paradas, com a amostra sendo retirada com auxílio de um gabarito, somente o emprego de augers e de amostradores mecânicos automáticos bem dimensionados, operados e mantidos garante a tomada de amostras representativas. O problema da amostragem manual em correias paradas é a redução da produtividade impingida ao sistema de produção que utiliza este tipo de amostragem. Portanto, nas operações industriais a amostragem manual com a correia parada raramente é aplicado. Infelizmente, muitos contratos ainda empregam a amostragem manual para controlar a qualidade dos produtos comercializados. Isto ocorre devido ao baixo investimento de capital que a amostragem manual possui, ao desconhecimento dos problemas que este tipo de amostragem provoca e devido a permissividade que a norma NBR 8291/83 concede a este tipo de amostragem.

No que se refere à amostragem realizada por amostradores mecânicos automáticos, a norma define corretamente a velocidade de corte do fluxo (457 mm/s) e a largura do amostrador, a qual não deve ser inferior a três vezes o tamanho da maior partícula. Cabe lembrar que estudos realizados por Gy (1978) mostraram que a velocidade máxima de corte do amostrador não pode ser superior a 600 mm/s sob pena de ocasionar a formação de erros sistemáticos. A norma define e ilustra cinco tipos de amostradores mecânicos:

- i. pêndulo;
- ii. corrente giratória;
- iii. braço giratório;
- iv. calha;
- v. pêndulo com correia transportadora parada.

Os amostradores dos tipos corrente giratória e de calha podem ser considerados como aceitáveis na obtenção da amostragem da amostragem estatisticamente correta, pois cortam transversalmente o fluxo de material à velocidade constante inferior a 600 mm/s, e apresentam larguras superiores a três vezes o tamanho da maior partícula, garantindo com que qualquer partícula do lote tenha a mesma probabilidade de ser coletada para compor a amostra.

No caso dos amostradores de pêndulo e braço giratório, a norma não menciona a necessidade das paredes laterais dos amostradores apontarem para o eixo de rotação do pêndulo ou do braço giratório. A falta de definição deste detalhe construtivo gera margem para a construção de amostradores que provocam o aparecimento de erros sistemáticos de amostragem conforme mostrado na 2.4.2 do capítulo 2. A amostragem empregando o pêndulo com a correia transportadora parada, além dos problemas citados acima, também possui o inconveniente de paralisar o processo produtivo.

Outro ponto importante relativo a amostragem que deve ser analisado trata do número mínimo de incrementos a ser coletado, massa mínima do incremento e massa mínima de amostra. A norma NBR 8291/83 apresenta uma tabela que define as quantidades mínimas a serem coletadas para três faixas de tamanho de partícula. Esta tabela é reproduzida a seguir (Tabela 5.20).

*Tabela 5.20 Número de incrementos mínimo – NBR 8291/83*

Carvão		Tamanho da maior partícula		
		1<16 mm	16<1<50 mm	50<1<152 mm
Beneficiado	Nº mínimo de incrementos	15	15	15
	Massa mínima de incremento (kg)	1	3	7
	Massa de amostra bruta (kg)	15	45	105
Bruto	Nº mínimo de incrementos	35	35	35
	Massa mínima de incremento (kg)	1	3	7
	Massa de amostra bruta (kg)	35	105	245

A tabela é dividida em dois tipos de carvões: bruto e beneficiado. O carvão bruto, segundo a norma, deve ser caracterizado pela coleta de no mínimo 35 incrementos, enquanto que o carvão beneficiado deve apresentar 15 incrementos no mínimo. Os números mínimos de incrementos citados valem para lotes de até 1000 t no máximo. Para lotes com mais de 1000 t, o número mínimo de incrementos é determinado através da seguinte equação:

$$N_2 \geq N_1 \cdot \left(\frac{M}{1000}\right)^{0.5} \quad (5.11)$$

onde:  $N_2$  é igual ao número mínimo de incrementos necessário para compor a amostra;  $N_1$  é igual ao número de incrementos especificados na Tabela 5.20 e  $M$  é igual a massa do lote em toneladas.

Observa-se que não existe preocupação da norma com a capacidade da instalação para o processamento do lote a ser amostrado. Somente importam o tamanho do lote e o número de incrementos a ser tomado. O exemplo 5.1 será empregado para ilustrar a norma e algumas situações que podem se criar.

Exemplo 5.1 - Um lote contendo 4000 t de carvão com 35 % de teor de cinzas e com 25 mm de top-size é amostrado através do emprego de um amostrador de corrente giratória com velocidade de translação de 600 mm/s e largura de 75 mm. A capacidade de transporte do transportador de correia é de 1000 t/h. Qual é o número de incrementos mínimo, a massa do incremento, massa mínima de amostra coletadas e intervalo de tempo entre a tomada dos incrementos?

Segundo a norma NBR 8291/83, considerando o tipo de carvão a ser caracterizado, o número mínimo de incrementos necessário para compor a amostra é 15. Como são necessárias 4 h para processar todo o carvão, o intervalo de tempo entre a tomada dos incrementos é de 16'. Para o cálculo da massa do incremento, vamos considerar a seguinte fórmula:

$$m_I \geq \frac{Q \cdot L \cdot 10^3}{3.6S} \quad (5.12)$$

onde :  $m_I$  = massa do incremento (kg);

$Q$  = taxa de fluxo do transportador de correia (t/h);



$L$  = abertura do cortador (mm);

$S$  = velocidade do amostrador (m/s).

Assim, a massa do incremento é de 35 kg e a massa mínima de amostra é de 525 kg. O que ocorreria se a capacidade do transportador de correia não fosse de 1000 t/h, mas 500 t/h? Considerando a norma, o número de incrementos mínimo a ser coletados seria o mesmo, ou seja, 15. O intervalo de tempo entre os incrementos seria de 32 minutos, pois seriam necessárias 8 h para o processamento do lote. Como a massa do incremento é proporcional à taxa de fluxo do transportador de correia, a massa do incremento é de 17 kg e a massa mínima de amostra é de 255 kg.

Considerando a teoria da amostragem de Gy, verifica-se que existiriam diferentes variâncias dos erros fundamentais e dos erros de segregação e grupamento entre as duas situações, uma vez que as massas das amostras são bastante diferentes. Desta forma, as precisões das amostragens também seriam diferentes.

No que se refere ao número mínimo de incrementos, deve-se considerar que o método mais preciso para o cálculo da variância do erro de integração é o que emprega o variograma (Holmes, 1991). Para que a precisão seja boa, o número de incrementos mínimo a ser coletado deve ser superior a 30 (Gy, 1982). De acordo com Teorema do Limite Central, a distribuição de massa da amostra tende a tornar-se normal na medida que o número de incrementos aumenta. O número de incrementos mínimo igual a 30 garantiria que a distribuição normal fosse obtida. Portanto, para o caso do carvão beneficiado, o qual corresponde a grande maioria dos carvões comercializados, o número de incrementos previstos na norma (mínimo de 15) é insuficiente. Além disto, o número de incrementos deve ser escolhido afim de obter a precisão desejada. Então, o tamanho do lote a ser caracterizado, a variabilidade existente entre as partículas e grupos de partículas ao longo do período de processamento do lote, a capacidade da instalação são fatores importantes na definição do sistema de amostragem.

A norma define valores para a massa mínima de incremento a ser coletada, porém a massa do incremento é proporcional à taxa de fluxo do transportador de correia e às dimensões do amostrador (equação 5.12). Assim, ao invés de definir quantidades mínimas para o incremento, a norma deveria exigir que o amostrador atendesse aos requisitos operacionais e construtivos da teoria da amostragem. A massa total da amostra, por sua vez, é função da precisão desejada e está associada ao número de incrementos a ser tomado. Portanto, como o tamanho da maior partícula e o fluxo do transportador de correia variam de

situação para situação, não é possível fixar uma quantidade mínima de massa de amostra total como determina a NBR 8291/83.

Em sua última seção a norma trata da inspeção e da determinação da precisão do sistema de amostragem. De acordo com Pitard (1996), a determinação da precisão da forma como foi proposta pela norma é circunstancial. A propriedade de um sistema é dita ser circunstancial quando depende de condições que não são necessariamente controláveis. Por outro lado, a propriedade é dita ser estrutural quando ela é necessariamente o resultado de um certo número de condições possíveis de quantificar ou controlar. Os resultados circunstanciais não conduzem a conclusões confiáveis, pois eles não podem ser generalizados para todas as situações que podem se apresentar.

Portanto, o procedimento de determinação da precisão definido pela norma não deveria ser empregado porque ele não garante que a precisão obtida seja reproduzida nas inspeções seguintes. O mais indicado seria efetuar o correto dimensionamento do sistema de amostragem e definir um procedimento estruturalmente adequado para que a precisão desejada, calculada pela teoria da amostragem, possa ser obtida. Cabe frisar, que os cuidados de manutenção e asseio do sistema de amostragem sempre devem ser adotados.

### **5.5.2 Análise da norma NBR 8292/83 de preparação de amostras de carvão mineral para análise e ensaios**

A norma NBR 8292/83 define o procedimento de preparação de amostras de carvão para a realização de análises químicas, petrográficas, ensaios químicos e físico-químicos. O protocolo de preparação baseia-se na homogeneização e nas reduções gradativas da massa da amostra e do tamanho das partículas. A norma tem a preocupação de definir massas mínimas de amostra para determinados tamanhos de partículas, conforme pode ser visto na Tabela 5.21.

Tabela 5.21 Massa mínima de amostra em kg – NBR 8292/83.

Carvão	Ensaios	Tamanho da maior partícula		
		1<16 mm	16<1<50 mm	50<1<152 mm
Beneficiado	Químicos, físico-químicos	25	45	105
	Densimétricos, granulométricos	80	300	900
Bruto	Nº mínimo de incrementos	35	105	245
	Massa mínima de incremento (kg)	80	300	900

Assim como a norma de amostragem NBR 8291/83, a Tabela 5.21 apresenta três faixas de granulometria e é dividida para carvão bruto e para carvão beneficiado. Para cada uma destas faixas granulométricas, a norma define uma massa mínima que deve ser empregada no início do protocolo de preparação da amostra. O fluxograma da Figura 5.6 apresenta as etapas que devem ser seguidas para a obtenção de amostras para a execução de análises químicas.

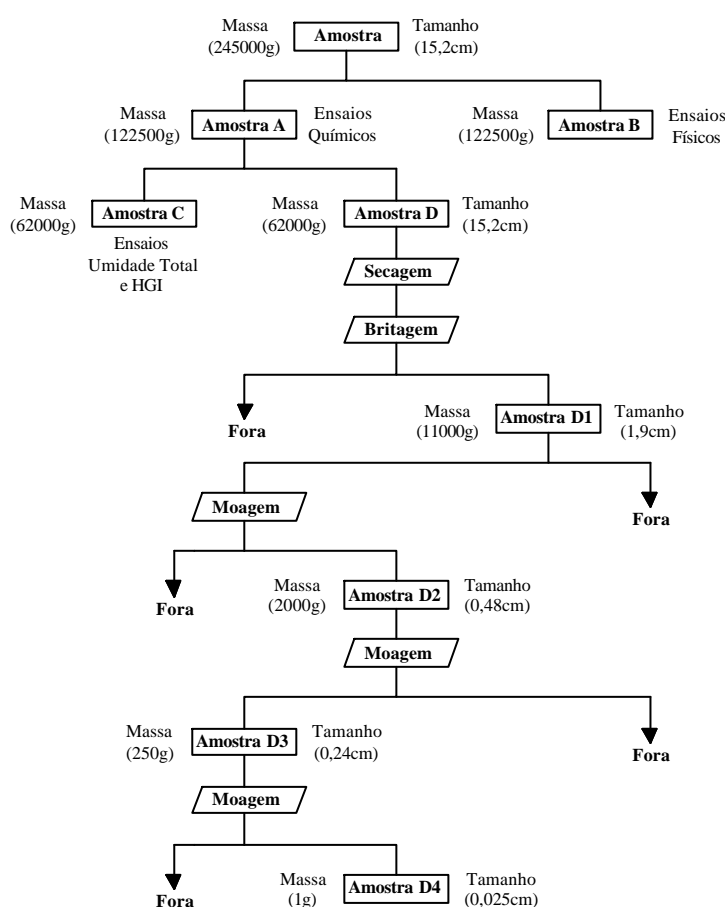


Figura 5.6 Fluxograma de preparação de amostras de carvão segundo NBR 8292/83.

A norma enfatiza que se o protocolo de preparação for seguido, sob condições rígidas de controle de segregação, a representatividade da amostra original deve ser mantida. A questão é: qual representatividade? Como vimos no capítulo 2, a representatividade é obtida a partir do somatório da acuracidade e da precisão. Os valores máximos aceitáveis de precisão e acuracidade são definidas pelas partes interessadas, produtor e consumidor. Também já vimos que a massa da amostra e a sua granulometria apresentam uma forte influência na determinação da precisão e, portanto, na representatividade da amostra. Então não é aceitável que a norma fixe no protocolo de preparação os valores de massa e granulometria que a amostra deve apresentar.

A norma ao fixar estes valores define a precisão que este protocolo de preparação de amostras terá. Muitas vezes os valores obtidos a partir do protocolo de preparação definido pela norma poderão estar aquém do desejo ou necessidade das partes envolvidas. Nestas situações o protocolo de preparação definido pela norma NBR 8292/83 não garante a representatividade da amostra.

O exemplo 5.2 apresenta a determinação da precisão da amostragem para dois tipos de carvões minerais com 54 % de teor de cinzas adotando o protocolo proposto pela norma NBR 8292/83. O carvão denominado como tipo A apresenta um top-size de 152 mm, enquanto que o do tipo B apresenta um top-size de 51 mm. A Tabela 5.22 mostra os resultados dos cálculos efetuados para carvão tipo A, enquanto que a Tabela 5.23 apresenta os resultados obtidos para o carvão do tipo B.

*Tabela 5.22 Cálculo das variâncias de erro segundo procedimento de preparação da NBR 8292 para o carvão do tipo A – top-size de 152 mm.*

	Preparação da amostra						Análise	
	Erro fundamental						ESG	EA
	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5	Etapa 6		
$M_E$ (g)	62.500	11.000	2.000	500	250	1		
$M_L$ (g)	245.000	62.500	11.000	2.000	500	250		
r1	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25		
r2	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30		
a	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54		
c (g/cm <sup>3</sup> )	1,48	1,48	1,48	1,48	1,48	1,48		
d (cm)	15,2	1,9	0,48	0,24	0,084	0,025		
d <sub>hb</sub> (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025		
l	0,041	0,115	0,228	0,323	0,546	1,000		
f	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50		
g	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25		
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0075	0,0212	0,0422	0,0597	0,1009	0,1850		
s <sup>2</sup> E	3,14. 10 <sup>-4</sup>	1,09. 10 <sup>-5</sup>	1,91. 10 <sup>-6</sup>	1,24. 10 <sup>-6</sup>	1,20. 10 <sup>-7</sup>	2,88. 10 <sup>-6</sup>	3,31. 10 <sup>-4</sup>	1,75. 10 <sup>-7</sup>
					sE total =	2,57 <sup>-2</sup>		
					(sE total) abs =	0,0139		
					Precisão (%)	2,78		

*Tabela 5.23 Cálculo das variâncias de erro segundo procedimento de preparação da NBR 8292 para o carvão do tipo B – top-size de 51 mm.*

	Preparação da amostra						Análise	
	Erro fundamental						ESG	EA
	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5	Etapa 6		
$M_E$ (g)	62.500	11.000	2.000	500	250	1		
$M_L$ (g)	245.000	62.500	11.000	2.000	500	250		
r1	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25	2,25		
r2	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30	1,30		
a	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54	0,54		
c (g/cm <sup>3</sup> )	1,48	1,48	1,48	1,48	1,48	1,48		
d (cm)	5,1	1,9	0,48	0,24	0,084	0,025		
d <sub>lib</sub> (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025	0,025		
l	0,070	0,115	0,228	0,323	0,546	1,000		
f	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50		
g	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25		
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0129	0,0212	0,0422	0,0597	0,1009	0,1850		
s <sup>2</sup> E	2,05. 10 <sup>-5</sup>	1,09. 10 <sup>-5</sup>	1,91. 10 <sup>-6</sup>	1,24. 10 <sup>-6</sup>	1,20. 10 <sup>-7</sup>	2,88. 10 <sup>-6</sup>	3,76. 10 <sup>-5</sup>	1,75. 10 <sup>-7</sup>
			S <sup>2</sup> E TOTAL =		7,53 <sup>-5</sup>			
			SE TOTAL =		8,68 <sup>-3</sup>			
			(SE TOTAL) abs =		0,0047			
			PRECISÃO (%) =		0,94			

Verifica-se que a precisão calculada para o carvão com top-size de 152 mm foi de ? 2,78 %, enquanto que a precisão do carvão tipo B apresentando top-size de 51 mm foi de ? 0,94 %. Conclui-se que o protocolo de preparação definido pela norma NBR 8292/83, quando empregado para carvões do tipo B, é mais preciso.

Outra situação que poderia ocorrer seria a seguinte: as partes interessadas (produtor e consumidor) acordaram que a variação aceitável dos resultados obtidos por ambos os laboratórios para o mesmo lote de um carvão com 54 % de teor de cinzas e com 152 mm de top-size deveria ser de ? 0,5 %. Como já vimos, se a norma NBR 8292/83 fosse adotada não seria possível atingir esta precisão.

Observa-se que a norma brasileira é empregada, e não poderia ser diferente, em contratos comerciais, no controle de qualidade de processos industriais, em trabalhos de pesquisa, etc. Considera-se que esta norma, uma vez seguida, garante a obtenção de resultados representativos. Porém como isto não é verdade, os resultados obtidos poderão conter um erro inaceitável. Este erro gera dúvidas, muitas vezes, com relação ao emprego das boas práticas de trabalho nos laboratórios. Conclui-se que as normas brasileiras de amostragem e preparação existentes devam ser modificadas, pois é inaceitável que estas normas, sendo seguidas à risca e com todos os cuidados possíveis, não garantam a representatividade desejada por ambas as partes interessadas, i.e., produtor e consumidor.

## **5.6 Proposição de um novo protocolo de amostragem e preparação de carvões brasileiros**

Esta seção objetiva propor um novo protocolo de amostragem e preparação de amostras de carvão mineral.

### **5.6.1 Aspectos Gerais**

- i. O projeto do sistema de amostragem deve garantir que a amostragem seja probabilisticamente correta. Devem ser empregados amostradores mecânicos automáticos posicionados na descarga de transportadores de correia ou em um ponto ao longo do transportador de correia. O dimensionamento destes amostradores deve considerar os seguintes aspectos básicos:
  - amostradores de linha reta devem apresentar uma largura de no mínimo três vezes o tamanho da maior partícula do lote e devem apresentar uma velocidade de corte uniforme e não superior a 0,6 m/s. O conjunto deve ser suficientemente robusto para absorver o impacto do material.
  - amostradores giratórios devem apresentar uma largura de no mínimo três vezes o tamanho da maior partícula do lote, uma velocidade de corte uniforme e não superior a 0,6 m/s e os lados do amostrador devem convergir para o seu eixo de rotação, visto que a velocidade de rotação é maior na extremidade do amostrador diminuindo em direção ao eixo de rotação.

Os amostradores devem ser inspecionados periodicamente e devem sofrer manutenções preventivas e preditivas adequadas, para garantir as premissas básicas de dimensionamento e evitar a ocorrência de erros sistemáticos.

- ii. Previamente, devem ser definidos os seguintes pontos:
  - o tamanho ou os limites do lote a ser amostrado;
  - os parâmetros de qualidade do lote a serem pesquisados;

- o tipo de amostragem a ser empregada (completamente aleatória, aleatoriamente estratificada ou sistemática);
- a precisão requerida;
- o número de incrementos mínimo a ser coletado. Caso a variância do erro de integração for conhecida, o número de incrementos mínimo deve ser de 30. Em caso contrário, o número de incrementos mínimo deve ser de 40.

iii. Calcular:

- a massa média do incremento a ser coletado ( $m_I$ ), de acordo com a fórmula:

$$m_I = \frac{Q L \cdot 10^{-3}}{3,6S} \quad (5.13)$$

onde:  $m_I$  = massa do incremento (kg);

$Q$  = taxa de fluxo do transportador de correia (t/h);

$L$  = abertura do cortador (mm);

$S$  = velocidade do amostrador (m/s).

- a massa total de amostra a ser coletada ( $M_E$ ), de acordo com:

$$M_E = N_I \cdot m_I \quad (5.14)$$

onde:  $N_I$  é igual ao número de incrementos coletado e  $M_I$  é igual a massa média do incremento coletado.

- iv. O valor da variância do erro de integração ( $s^2 EI$ ) deverá ser determinado, quando isto for possível, conforme procedimento descrito na seção 3.6 do capítulo 3. Quando não houver possibilidade de sua determinação, o valor da variância do erro de integração deve ser considerado igual a  $5 \cdot 10^{-5}$ .

v. Efetuar a definição do protocolo de preparação da amostra coletada em função:

- da precisão desejada;
- do equipamento de preparação de amostras disponível;
- da massa e granulometria da amostra coletada.

vi. Definir a variância de erro analítico do laboratório.

### 5.6.2 Precisão da Amostragem

A precisão aceitável ou requerida ( $P_r$ ) da operação de controle de qualidade do lote deve ser definida pelas partes interessadas. A seguir será apresentada a relação entre a precisão requerida e o protocolo de preparação da amostra.

$$P_r = 2.2 \cdot s_a \quad (5.15)$$

$$s = s_a / a \quad (5.16)$$

onde:  $s_a$  = desvio padrão absoluto do erro total da amostragem;

$s$  = desvio padrão relativo do erro total da amostragem;

$a$  = teor do parâmetro de qualidade controlado.

A variância requerida do erro total da amostragem é:

$$\sigma^2_{ET_r} = s^2 \cdot W \quad (5.17)$$



De acordo com a teoria da amostragem temos:

$$s^2ET_r = s^2EI + s^2EF_A + s^2ESG_A + s^2EF_P + s^2ESG_P + s^2EA$$

onde:  $s^2ET_r$  = variância requerida do erro total da amostragem;

$s^2EI$  = variância do erro de integração;

$s^2EF_A$  = variância do erro fundamental da amostragem;

$s^2ESG_A$  = variância do erro de segregação e grupamento da amostragem;

$s^2EF_P$  = variância do erro fundamental da preparação da amostra;

$s^2ESG_P$  = variância do erro de segregação e grupamento da preparação;

$s^2EA$  = variância do erro analítico.

Considerando de forma conservadora que:

$$s^2EF_A \approx s^2ESG_A \text{ e } s^2EF_P \approx s^2ESG_P$$

temos:

$$s^2ET_r = s^2EI + 2 s^2EF_A + 2 s^2EF_P + s^2EA$$

Como a variância do erro de integração ( $s^2EI$ ) é um valor estimado ou medido, consideramos que:

$$s^2EI \approx X \tag{5.18}$$

Como a variância do erro analítico ( $s^2EA$ ) é um valor determinado, consideramos que:

$$s^2_{EA} = Y \quad (5.19)$$

Assim:

$$s^2_{ET_r} = W + X + Y + 2s^2_{EA} + 2s^2_{EP} \quad (5.20)$$

O cálculo da variância do erro fundamental da amostragem ( $s^2_{EA}$ ) é efetuado através de:

$$s^2_{EA} = \frac{1}{M_E} + \frac{1}{M_L} + C + d^3 + Z \quad (5.21)$$

onde:  $M_E$  = massa de amostra coletada;

$M_L$  = massa do lote;

$C$  = constante da amostragem;

$d$  = tamanho da maior partícula.

Finalmente, a variância do erro fundamental da preparação ( $s^2_{EP}$ ) da amostra é igual a seguinte relação:

$$s^2_{EP} = \frac{W + X + Y + 2Z}{2} \quad (5.22)$$

O valor calculado para a variância do erro fundamental da preparação da amostra ( $s^2_{EP}$ ) será empregado para dimensionar o protocolo de preparação da amostra.

### 5.6.3 Definição do protocolo de preparação da amostra

A definição do protocolo de preparação de amostra baseia-se na precisão calculada pela equação 5.22, onde são considerados a precisão do processo de controle de qualidade desejada e as variâncias dos erros de integração, de segregação e grupamento, fundamental da operação de amostragem e de análise. O protocolo de preparação é subdividido em diversos estágios  $P_i$ . Cada estágio é identificado quando ocorre a redução de massa e granulometria da amostra coletada. O número de estágios de preparação é função da granulometria e da massa da amostra coletada e do tipo e capacidade do equipamento disponível no laboratório. Usualmente, o número de estágios empregado varia de três a cinco.

A variância do erro de fundamental da preparação ( $s^2EF_P$ ) é obtida através do somatório das variâncias de erro de cada estágio  $P_i$ . O cálculo da  $s^2EF_P$  pode ser efetuado através do simples emprego de uma planilha eletrônica. A Tabela 5.24 apresenta um modelo de planilha que pode ser utilizado para a realização deste cálculo.

Tabela 5.24 Modelo de planilha para realização do cálculo de  $s^2EF_P$ .

	Estágio $P_1$	Estágio $P_2$	Estágio $P_3$	Estágio $P_4$
$ME_2$				
$ME_1$				
l				
g				
c				
f				
d				
$s^2EF_P$	$s^2EF_{P1}$	$s^2EF_{P2}$	$s^2EF_{P3}$	$s^2EF_{P4}$

A planilha utiliza os valores dos parâmetros empregados no cálculo da variância do erro fundamental, conforme já foi visto na seção 3.4.2 do capítulo 3. O valor  $ME_1$  no estágio 1 se refere à massa de amostra coletada, enquanto que, nos estágios seguintes, os valores de  $ME_1$  se referem à massa de  $ME_2$  do estágio imediatamente anterior. A massa  $ME_2$  de todos os estágios de preparação, com exceção do último estágio é a massa de amostra existente imediatamente antes da operação de redução de granulometria. A massa  $ME_2$  do último estágio de preparação é igual à massa empregada para a execução do ensaio analítico.

O cálculo da variância do erro fundamental da preparação ( $s^2EF_P$ ) para o caso de quatro estágios de preparação é realizado através:

$$s^2_{EF_P} = s^2_{EF_{P1}} + s^2_{EF_{P2}} + s^2_{EF_{P3}} + s^2_{EF_{P4}}$$

Dependendo das condições e necessidades existentes no laboratório, o número de estágios pode ser ampliado ou reduzido assim como as massas  $ME_2$  e as granulometrias  $d$ , porém sempre tendo como meta a obtenção da variância do erro fundamental calculada pela equação 5.22.

Exemplo 5.3 – O produto de uma planta de beneficiamento de carvão mineral deverá ser amostrado na descarga de um transportador de correia operando a uma taxa de 300 t/h. O controle de qualidade prevê a formação de lotes a cada 2 h de operação da planta. Projetar a estação de amostragem de tal modo que os resultados de teor de cinzas de cada lote gerado possuam uma precisão absoluta de  $\pm 1.0\%$  para um intervalo de confiança de 95 %.

Dados:

- Taxa de fluxo da CT =  $Q = 300$  t/h
- Abertura do amostrador =  $L = 13$  cm
- Tamanho da maior partícula =  $d = 4,0$  cm
- Velocidade de translação do amostrador =  $v = 60$  cm/s
- Teor de cinzas do carvão =  $a_L = 35\%$
- Peso específico do carvão = 1,30
- Peso específico do estéril (cinza) = 2,30
- Diâmetro de liberação =  $d_{lib} = 0,025$  cm

Solução:

- i. o projeto deve garantir que a amostragem seja probabilisticamente correta. Para tanto, o amostrador escolhido é o de linha reta, apresentando paredes paralelas, largura  $L$  de 13 cm, ou seja,  $L > 3.d$  e uma velocidade de corte constante e uniforme de 60 cm/s;
- ii. o lote a ser amostrado corresponde a 2 h de operação da planta, o que equivale a 600 t de carvão;

- iii. o parâmetro a ser controlado é o teor de cinzas de carvão;
- iv. o tipo de amostragem escolhido é o do tipo sistemático, onde os incrementos serão coletados em intervalos regulares de tempo;
- v. a precisão desejada absoluta é de  $\pm 1,00\%$  para uma confiabilidade de  $95\%$ ;
- vi. como o projeto irá beneficiar uma nova jazida de carvão, não existe a condição de determinação da variância do erro de integração  $\sigma^2_{EI}$ . Desta forma, por segurança o número de incrementos escolhido é igual a 40 e o valor da variância do erro relativo de integração assumido é  $5 \cdot 10^{-5}$ ;
- vii. empregando a equação 5.13, o peso médio de cada incremento ( $m_I$ ) é:

$$m_I = \frac{\pm L \cdot 10^3}{3,6S}$$

$$m_I = \frac{300.130.10^3}{3,6.0,6}$$

$$m_I = 18\text{kg}$$

- viii. a massa de amostra a ser coletada ( $M_E$ ) é:

$$M_E = N_I \cdot m_I = 40 \cdot 18 = 720\text{kg}$$

- ix. a variância do erro analítico do laboratório ( $\sigma^2_{EA}$ ) responsável pelo controle de qualidade é igual a  $7.5 \cdot 10^{-7}$ ;
- x. o cálculo da variância do erro fundamental de preparação ( $s^2_{EFP}$ ) necessário para a garantia de obtenção da precisão desejada é:

$$\begin{aligned}
P_r &= 2 \cdot s_a \\
s_a &= \frac{P_r}{2} = \frac{1}{2} = 0,5 \\
s &= \frac{s_a}{a} \\
s &= \frac{0,5}{35} = 0,00143 = 1,43 \cdot 10^{-2} \\
s^2_{ET} &= s^2 \cdot W = 2,04 \cdot 10^{-4} \\
s^2_{EI} &= X = 5 \cdot 10^{-5} \\
s^2_{EA} &= Y = 7,5 \cdot 10^{-7} \\
s^2_{EFA} &= Z = \frac{1}{M_E} \cdot \frac{1}{M_L} \cdot c \cdot l \cdot f \cdot g \cdot d^3 \\
s^2_{EFA} &= Z = \frac{1}{720000} \cdot \frac{1}{6} \cdot 10^8 \cdot 3,62 \cdot 0,079 \cdot 0,5 \cdot 0,25 \cdot 4^3 = 3,17 \cdot 10^{-6} \\
s^2_{EFP} &= \frac{W \cdot X \cdot Y \cdot 2 \cdot Z}{2} \\
s^2_{EFP} &= \frac{2,04 \cdot 10^{-4} \cdot 5 \cdot 10^{-5} \cdot 7,5 \cdot 10^{-7} \cdot 2 \cdot 3,17 \cdot 10^{-6}}{2} \\
s^2_{EFP} &= 7,35 \cdot 10^{-5}
\end{aligned}$$

Logo, a variância do erro fundamental da operação de preparação da amostra deve ser igual a  $7,35 \cdot 10^{-5}$  para que a precisão desejada de  $\pm 1\%$  de teor de cinzas seja alcançada.

xi. definição do protocolo de preparação de amostras.

O protocolo de preparação de amostras deve ser dimensionado de tal forma que o somatório das variâncias do erro fundamental de cada estágio seja igual a  $7,35 \cdot 10^{-5}$  ( ver Tabela 5.25).

Tabela 5.25 Planilha de cálculo da  $s^2_{EFP}$  do exemplo 5.3.

	EF			
	Preparação da amostra			
	Estágio 1	Estágio 2	Estágio 3	Estágio 4
$M_E$ (g)	65.000	18.400	340	1
$M_L$ (g)	720.000	65.000	18.400	340
r1	2,30	2,30	2,30	2,30
r2	1,30	1,30	1,30	1,30
A	0,35	0,35	0,35	0,35
c (g/cm <sup>3</sup> )	3,62	3,62	3,62	3,62
d (cm)	4	2,4	0,29	0,025
$d_{lib}$ (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025
l	0,079	0,102	0,294	1,000
f	0,50	0,50	0,50	0,50
g	0,25	0,25	0,25	0,25
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0358	0,0462	0,1329	0,4527
$s^2_E$	$3,21 \cdot 10^{-5}$	$2,49 \cdot 10^{-5}$	$9,36 \cdot 10^{-6}$	$7,05 \cdot 10^{-6}$

O protocolo de preparação foi dividido em quatro estágios. No 1º estágio, os 720 kg da amostra coletada foram quarteados até permanecerem 65 kg de amostra. No 2º estágio, os 65 kg foram britados empregando britador de mandíbulas para um top-size de 2,4 cm e a seguir foram quarteados até a obtenção de 18,4 kg de amostra. No 3º estágio, a amostra foi britada em britador de martelos para um top-size de 0,29 cm e, na seqüência, o carvão foi quarteado até 340 g. Finalmente, no 4º estágio os 340 g de amostra foram moídos em um moinho de bolas para um top-size de 0,025 cm, sendo retirada 1 grama de amostra para a execução do ensaio de determinação do teor de cinzas.

As variâncias do erro fundamental de preparação de cada estágio somaram um valor total igual a  $7,35 \cdot 10^{-5}$ , o que faz com que a precisão desejada de  $\pm 1\%$  seja obtida para um intervalo de confiança de 95%.

Exemplo 5.4 – Considerando os dados empregados no exemplo 5.3, considerando que após a entrada em operação do novo sistema de amostragem foi possível efetuar a determinação da variância do erro relativo de integração e considerando que este valor foi de  $s^2EI = 9 \times 10^{-5}$ , calcular a precisão do protocolo de amostragem e efetuar o ajuste do sistema para que a precisão volte a ser de  $\pm 1\%$  teor de cinzas.

Solução:

- i. cálculo da precisão do sistema de amostragem

$$s^2ET_r = W = s^2EI + 2\lambda^2EF_A + 2\lambda^2EF_P + s^2EA$$

onde:

$$s^2EI = X = 9 \cdot 10^{-5}$$

$$s^2EF_A = Z = 3,17 \cdot 10^{-6}$$

$$s^2EF_P = 7,35 \cdot 10^{-5}$$

$$s^2EA = Y = 7,5 \cdot 10^{-7}$$

logo,

$$s^2_{ET_r} = W = 2,441 \cdot 10^{-4}$$

$$s_r = 1,562 \cdot 10^{-2}$$

$$s_a = s_r \cdot 35 = 5,468 \cdot 10^{-1}$$

$$P_r = \text{precisão} = ? \cdot 2 \cdot s_a = 1,094 \%$$

ii. ajuste no sistema de amostragem para a obtenção da precisão desejada

A precisão desejada pode ser obtida através do aumento do número de incrementos e/ou através da modificação do protocolo de preparação. O aumento do número de incrementos impacta principalmente sobre a variância do erro de integração, além de acarretar um aumento da massa de amostra coletada. A modificação do protocolo de preparação tende a ser mais simples que o aumento do número de incrementos, assim esta é a opção escolhida.

Para a obtenção da precisão desejada (1% teor de cinzas), inicialmente deve ser recalculada a variância do erro fundamental de preparação.

Assim:

$$s^2_{EF_P} = \frac{W + X + Y + 2Z}{2}$$

$$s^2_{EF_P} = \frac{2,04 \cdot 10^{-4} + 9 \cdot 10^{-5} + 7,5 \cdot 10^{-7} + 2 \cdot 3,17 \cdot 10^{-6}}{2}$$

$$s^2_{EF_P} = 5,35 \cdot 10^{-5}$$

O protocolo de preparação de amostras deve ser alterado de tal forma que o somatório das variâncias do erro fundamental de cada estágio seja igual a  $5,35 \cdot 10^{-5}$  ( ver Tabela 5.26).



Tabela 5.26 Planilha de cálculo da  $s^2EF_P$  do exemplo 5.4.

	EF			
	Preparação da amostra			
	Estágio 1	Estágio 2	Estágio 3	Estágio 4
$M_E$ (g)	90.000	25.000	550	1
$M_L$ (g)	720.000	90.000	25.000	550
r1	2,30	2,30	2,30	2,30
r2	1,30	1,30	1,30	1,30
a	0,35	0,35	0,35	0,35
c (g/cm <sup>3</sup> )	3,62	3,62	3,62	3,62
d (cm)	4	2,4	0,29	0,025
d <sub>lib</sub> (cm)	0,025	0,025	0,025	0,025
l	0,079	0,102	0,294	1,000
f	0,50	0,50	0,50	0,50
g	0,25	0,25	0,25	0,25
C (g/cm <sup>3</sup> )	0,0358	0,0462	0,1329	0,4527
$s^2E$	$2,23 \cdot 10^{-5}$	$1,85 \cdot 10^{-5}$	$5,76 \cdot 10^{-6}$	$7,06 \cdot 10^{-6}$

Efetuada o somatório das variâncias do erro fundamental de cada estágio de preparação, obtém-se a variância do erro fundamental de preparação desejada e igual a  $5,35 \cdot 10^{-5}$ . Comparando as Tabelas 5.25 e 5.26, verifica-se que houve um aumento nas massas de carvão em cada estágio de preparação antes de ser efetuada a redução granulométrica. Em outras palavras, para atender a precisão desejada foi definida a britagem de maiores massas de carvão em cada estágio de preparação.

#### 5.6.4 Cuidados que devem ser tomados no processo de preparação da amostra

- i. Contaminação da amostra em circuitos de controle de qualidade que processam materiais distintos
  - processar a alimentação, concentrados e rejeitos em equipamentos distintos;
  - se isto não for possível, o circuito deve ser muito bem limpo entre cada operação.
  
- ii. Contaminação da amostra por poeira
  - reduzir a queda livre do material a ser amostrado;
  - suprimir chutes longos na descarga de correias transportadoras;
  - alimentar os divisores de amostras vagarosamente;

- proteger os amostradores nas posições estacionárias com capas.

iii. Perdas de material amostrado

- sistemas de desempoeiramento devem apresentar o menor vácuo possível, um pequeno fluxo de ar e devem ter sua operação cuidadosamente controlada pelo operador;
- não é recomendado o emprego de britadores de martelo girando em altas velocidades e provocando fortes turbulências;
- recomenda-se o emprego de sistemas completamente enclausurados, principalmente para a pulverização de pequenas amostras;
- depois de cada operação de preparação da amostra, os equipamentos devem ser limpos e todo o resíduo deve ser adicionado ao rejeito ou à amostra, dependendo de qual dos dois ele pertence.

iv. Operação de divisão da amostra

A operação de divisão de amostra pode ser efetuada de várias maneiras. Os tipos e/ou equipamentos de divisão de amostras podem ser, respectivamente: cone e quarteamento, quarteador “Jones” e divisores mecânicos automáticos;

- recomenda-se que os divisores mecânicos sejam preferidos, pois os métodos de divisão manual, por poderem gerar erros sistemáticos, devem ser evitados;
- a divisão manual deve ser aplicada quando os métodos mecânicos provocam perda da integridade da amostra, isto é, perda de umidade ou degradação granulométrica da amostra;
- o rifle deve possuir aberturas com uma largura igual a três vezes o tamanho da maior partícula;
- os dois lados do rifle devem possuir o mesmo número de aberturas;
- a amostra deve ser descarregada sobre o rifle de forma que a massa se distribua de forma eqüitativa para os dois lados, além disso a taxa de alimentação deve ser controlada, de modo que as aberturas nunca fiquem obstruídas.

# Capítulo 6

## Conclusões e recomendações

### 6.1 Conclusões

A exigência que a indústria impõe hoje à qualidade dos produtos faz com que os processos de controle de qualidade sejam cada vez mais precisos e cada vez mais capazes de garantir a representatividade das amostras tomadas. Por outro lado, as normas técnicas de amostragem e preparação de amostras de materiais particulados não definem e nem incorporam a precisão exigida pelas partes interessadas na definição do protocolo de amostragem adotado.

Este trabalho teve como objetivo principal a definição de um novo protocolo de amostragem e preparação de amostras, de modo que fosse possível conhecer a precisão deste protocolo e desta forma garantir o atendimento das exigências impostas. O protocolo teve base a teoria da amostragem proposta por Gy (1979). Esta teoria foi apresentada e estudada nos capítulos 2 e 3 desta dissertação. O capítulo 4 mostrou uma metodologia estatística para verificar a equidade dos resultados obtidos por dois laboratórios distintos. Esta técnica é adotada para verificar se os laboratórios estão respondendo às exigências de precisão e acuracidade definidas pelas partes.

A determinação de um novo protocolo de controle de qualidade envolveu a verificação e confirmação da propriedade das práticas previstas nas normas existentes e das premissas básicas da teoria da amostragem.

O primeiro ponto a ser testado foi a condição de que toda e qualquer partícula pertencente ao lote deva possuir a mesma chance de pertencer à amostra. Para verificar a propriedade desta condição foi concebido o ensaio empregando a amostragem manual em pilha em duas posições distintas. Foi medido o erro total da amostragem manual em pilha, a qual é de caráter não probabilístico e foi verificada a condição do erro gerado apresentar significância estatística. Observou-se que os intervalos de precisão calculados através da teoria da amostragem são menores que as diferenças encontradas nos experimentos efetuados. Assim, neste tipo de amostragem, além da variabilidade existente entre as partículas, os erros de amostragem são influenciados pela disposição das partículas no interior do lote. Como esta

disposição é circunstancial, os resultados de qualidade são consequência das circunstâncias que envolvem a deposição do carvão. Em consequência, a precisão da amostragem manual não pode ser estimada, tornando-a não confiável. Conclui-se que a amostragem manual deve ser banida de qualquer sistema de controle de qualidade.

A seguir, como a teoria da amostragem prega o emprego de amostradores mecânicos automáticos para a realização da amostragem, desde que convenientemente dimensionados, operados e mantidos, foram efetuados estudos similares aos realizados para a amostragem manual em pilha com o objetivo de verificar os princípios e a formulação defendidos e propostos pela teoria da amostragem. Foram executados dois tipos de estudos: comparação dos resultados do controle de qualidade com a passagem de um mesmo lote por um mesmo sistema de amostragem e comparação dos resultados obtidos para um mesmo lote amostrado por dois sistemas distintos de amostragem. Para cada situação foi calculada a faixa de erro aceita pela teoria da amostragem e foi verificado se as diferenças obtidas em cada situação estavam ou não compreendidas no intervalo calculado. Os testes realizados mostraram que os resultados obtidos nos experimentos estavam enquadrados dentro do intervalo calculado pela teoria da amostragem. Isto permite concluir que é possível estimar a precisão de um circuito de amostragem empregando a metodologia de cálculo da teoria da amostragem e que somente equipamentos de amostragem bem dimensionados, bem mantidos e operados de forma correta deveriam ser empregados no controle de qualidade de lotes de materiais particulados.

O cálculo do erro total da amostragem é o somatório de erros de pequena escala de observação e erros de grande escala de observação. Os erros de pequena escala de observação (erro fundamental e erro de segregação e grupamento) são erros que influenciam a precisão não só da amostragem, mas também do processo de preparação de amostras. Como os erros de pequena escala de observação são dependentes da massa e da granulometria da amostra e como durante o processo de determinação da qualidade do lote é necessária a realização de várias etapas de redução de massa e granulometria da amostra, esta dissertação identificou as etapas mais críticas, em termos de precisão, deste processo. Foram desenvolvidos dois fluxogramas de preparação de amostras tendo por objetivo verificar a influência que as diferentes massas e granulometrias exercem sobre o nível de precisão. Observou-se que os valores da variância do erro fundamental foram sempre maiores nas situações em que ocorreu uma grande redução de massa para uma dada granulometria de amostra. Os resultados obtidos permitiram concluir que a definição do protocolo de preparação de amostras é fundamental para a obtenção do nível de precisão desejado e que a granulometria é fator decisivo no controle da precisão desejada.

Como a forma mais usual para a obtenção de amostras probabilisticamente corretas existente é a amostragem de fluxos em correias transportadoras, a variabilidade existente neste tipo de amostragem entre as partículas e grupos de partículas provoca a ocorrência do erro de grande escala de observação ou erro de integração. A propriedade da metodologia de estimativa do erro de integração foi verificada. A análise efetuada mostrou que a quase totalidade dos resultados obtidos nos ensaios realizados se enquadraram dentro do intervalo de precisão estimado. Assim a metodologia de determinação da variância do erro de integração pode ser aplicada no processo de cálculo do erro total da amostragem e em todos os outros cálculos em que o conhecimento do valor desta variância seja necessário.

Esta dissertação se propôs em efetuar uma análise das normas técnicas brasileiras de amostragem e preparação de amostras, NBR 8291/83 e NBR 8292/83, de acordo com as premissas e metodologias de cálculo da teoria da amostragem. Constatou-se que as normas técnicas analisadas não conseguem garantir a representatividade desejada pelas partes interessadas, i.e., produtor e consumidor. Concluiu-se que as normas brasileiras de amostragem e preparação existentes devam ser modificadas, afim de garantir a precisão e representatividade desejadas pelas partes interessadas.

Finalmente, pode-se dizer que a meta do trabalho foi alcançada, pois desenvolveu-se um protocolo de amostragem e preparação de amostras, baseado na teoria de amostragem de Gy (1979), capaz de estimar a precisão do processo de controle de qualidade de materiais particulados e capaz de garantir a representatividade desejada pelas partes.

## **6.2 Restrições e recomendações**

Como já vimos, esta dissertação teve por objetivo definir um novo protocolo de amostragem e preparação de amostras de materiais particulados, em especial para o carvão mineral, de modo que a acuracidade e precisão desejadas pudessem ser atendidas. O estudo foi baseado na teoria de amostragem de Gy (1979) e empregou o teor de cinzas do carvão mineral como o parâmetro de qualidade para a execução dos ensaios, testes e análises comparativas necessárias para a definição do protocolo.

Como trabalhos futuros podemos recomendar a análise e verificação da precisão de outros parâmetros de qualidade usualmente empregados no controle de qualidade do carvão,

tais como: teor de umidade e teor de enxofre. Com isto seria possível verificar o parâmetro mais crítico para o atendimento das precisões desejadas e assim definir o protocolo mais adequado a ser empregado.

Recomenda-se também que sejam efetuados testes com carvões provenientes de outras bacias carboníferas, especialmente a de Candiota e a de Criciúma. Ter-se-ia a possibilidade de verificar se a variância do erro de integração adotada ( $5 \times 10^{-5}$ ) é adequada ou não para os carvões destas bacias. Dever-se-ia também ser efetuada a determinação da granulometria de liberação do carvão destas bacias, a fim de possibilitar um cálculo mais correto da variância do erro fundamental.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT, 1983. Associação Brasileira de Normas Técnicas, NBR 8291, Amostragem de Carvão Mineral Bruto e/ou Beneficiado, Rio de Janeiro, Brasil.
- ABNT, 1983b. Associação Brasileira de Normas Técnicas, NBR 8292, Preparação de Amostra de Carvão Mineral para Análise e Ensaio, Rio de Janeiro, Brasil.
- ASTM, 1996. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 05.05, Gaseous Fuels; Coal and Coke, 510 p.
- C. D. Rose. 1990. A New Approach to Bias Testing of Mechanical Coal Sampling Systems. *Journal of Coal Quality*, Vol 9, Number 4, Charleston, USA, pp124 – 129.
- D. G. Osborne. 1988. *Coal Preparation Technology*, Graham e Trotman Ltd, London, England, Vol 2, chapter 22, pp. 1026 – 1094.
- D. Hodouin e C. Ketata. 1994. Variance of Average Stream Compositions Obtained by Automatic Incremental Sampling. *International Journal of Mineral Processing*, 40, Elsevier, Amsterdam, pp 199 – 223.
- D. Montgomery. 1997. *Design and Analysis of Experiments*. John Wiley and Sons Ltd., New York, 704 p.
- E.V. Magri e J.C. Ortiz. 2000. Estimation of Economic Losses Due to Poor Blast Hole Sampling in Open Pits, *Proceedings of Geostat 2000 (CD-ROM)*, pp. 1 – 10.
- F.B. Drummond, M. C. C. Werkema e S. Aguiar. 1996. *Análise de Variância: Comparação de Várias Situações*. Fundação Cristiano Otoni, Série Ferramentas da Qualidade, Vol 6, Belo Horizonte, Brasil, 302 p.
- F. F. Pitard. 1996. *Sampling and Statistical Process Control for Coal and Coke*. Short course material, Colorado School of Mines, Broomfield, USA.
- ISO, 1998a. International Organization for Standardization, Draft International Standard ISO/DIS 13909-3, Hard Coal and Coke- Mechanical Sampling – Part 3: Coal - Sampling from Stationary Lots.
- ISO, 1998b. International Organization for Standardization, Draft International Standard ISO/DIS 13909-4, Hard Coal and Coke- Mechanical Sampling – Part 4: Coal - Preparation of Test Samples.
- I. W. Saunders, G. K. Robinson. 1989. Restricted Stratified Random Sampling. *International Journal of Mineral Processing*, 25, Elsevier, Amsterdam, pp 159 – 166.
- I. W. Saunders, G. K. Robinson, T. Lwin and R. J. Holmes. 1989. A Simplified Variogram Method for Determining the Estimation Error Variance in Sampling from a Continuous Stream. *International Journal of Mineral Processing*, 25, Elsevier, Amsterdam, pp 175 – 198.

- J. M. Merks. 1985. Mechanical Sampling Systems for High Capacities part I. Bulk Solids Handling Journal, Volume 5, number 6, Claustal-Zellerfeld, Germany, pp. 1253 – 1256.
- J. M. Merks. 1986. Mechanical Sampling Systems for High Capacities part III. Bulk Solids Handling Journal, Volume 6, number 2, Claustal-Zellerfeld, Germany, pp. 417 – 420.
- M. J. Laurila e M. P. Corriveau. 1995. The Sampling of Coal. Intertec Publishing Corporation, Chicago, USA, First Edition, 169 p.
- M. J. Laurila. 1997. Standard Sampling and Analysis. Coal Age, Intertec Publishing Corporation, November, Chicago, USA, pp. 43 – 44.
- P.M. Gy. 1998. Sampling for Analytical Purposes. John Wiley & Sons Ltd, Chichester, England, 153 p.
- P. M. Gy e L. Marin. 1978. Unbiased Sampling from a Falling Stream of Particulate Material. International Journal of Mineral Processing, Volume 5, pp. 297 – 315.
- P.M. Gy. 1982. Sampling of Particulate Materials, Theory and Practice, Elsevier, Amsterdam, Second Revised Edition, 431 p.
- P. M. Plowman. Mechanical Sampling of Coal at Port Kelang Power Station, Malaysia. 1986. Bulk Solids Handling Journal, Volume 6, number 4, Claustal-Zellerfeld, Germany, pp. 675 – 678.
- P. M. Plowman. Practical Aspects of Sampling. 1985. Bulk Solids Handling Journal, Volume 5, number 6, Claustal-Zellerfeld, Germany, pp. 1259 - 1265.
- P.P. Mwasinga. 2000. Optimizing Sampling Protocols for a Base Metal Deposit, Proceedings of Geostat 2000 (CD-ROM), Kluwer Academic, ( W.J. Kleingeld and D. Krige eds.), pp. 1-13.
- R.J. Holmes. 1991. Sampling Methods: Solutions and Problems, in Evaluation and Optimization of Metallurgical Performance, (D. Malhotra, R.R. Klimpel, A.L. Mular, eds.), American Society for Mining, Metallurgy and Exploration, Littleton, Colorado, USA, p. 157-168.
- R. Mathar e B. Rauhut. 1983. Sampling Procedures for Bulk Solids. Bulk Solids Handling Journal, Volume 3, number 1, Claustal-Zellerfeld, Germany, pp. 189 – 195.
- T. Lwin, R. C. Flann, G. M. Short, W. Guthrie. 1998. Design and Analysis of Size-mass Reduction Experiments for Sampling Particulate Material. International Journal of Mineral Processing, 54 ,Elsevier, Amsterdam, pp 59 – 80.