



PARTE I INTRODUÇÃO



CAPÍTULO 1 - AMOSTRAGEM

Maria Lúcia M. de Oliveira

Engenheira Mecânica/CEFET-MG, Mestre em
Engenharia de Minas e Metalurgia/UFMG
Doutora em Engenharia Química/UNICAMP
Consultora da MCE Consultoria e Engenharia Ltda

José Aury de Aquino

Engenheiro Químico/UFC, Mestre em
Engenharia Metalúrgica e de Materiais/COPPE-UFRJ
Doutor em Engenharia Química/UNICAMP
Pesquisador Titular do CDTN/CNEN/MCT

1. INTRODUÇÃO

Para determinar o desempenho operacional de um processo de tratamento de minérios ou hidrometalúrgico, é essencial o conhecimento do balanço de massa e das concentrações dos elementos nos diferentes fluxos que circulam nos equipamentos.

A determinação de uma dada propriedade ou característica de um fluxo só pode ser realizada em uma pequena fração do mesmo, denominada amostra, que represente, da melhor forma possível, o fluxo amostrado. Considerando que os sistemas particulados são usualmente misturas de partículas de tamanho, forma e composição variados, a obtenção de amostras representativas só é possível com base em critérios bem estabelecidos. Quando os procedimentos de seleção e coleta das amostras não são bem conduzidos, os resultados de análises, mesmo que realizadas com precisão, não correspondem às características do universo amostrado, podendo levar a conclusões incorretas.

Considerando que as características específicas de toneladas de um dado material são estimadas segundo análises realizadas em amostras pequenas, ou seja, com massas da ordem de gramas, os critérios de obtenção dessas amostras são, pois, de fundamental importância para minimizar os erros associados a essas análises. Com base nessas análises, são feitas estimativas que servirão, afinal, para avaliação de depósitos minerais, controle de processos em laboratórios, unidades piloto, indústrias e comercialização de produtos. Ressalta-se, dessa forma, a importância da amostragem para o sucesso de um projeto industrial (Allen, 1981).

Embora as técnicas de amostragem na indústria mineral tenham melhorado nos últimos anos, a amostragem ainda não recebe o devido valor e importância, sendo uma área muitas vezes negligenciada, o que, via de regra, conduz a uma coleta de amostras com sérios erros sistemáticos. Isso acaba acarretando dificuldades na aceitação dos diversos produtos ou para a economicidade dos processos nos quais o material que originou as amostras será usado.

Para garantir a qualidade da avaliação, o procedimento de amostragem deve ser acurado e preciso, garantindo a representatividade. A acuracidade pode ser entendida como sendo a minimização do erro sistemático da amostragem. A reprodutibilidade ou precisão é a medida da dispersão dos resultados de qualidade obtidos para um mesmo lote.

De acordo com Gy (1998), a média e a variância do erro nunca são estruturalmente nulas. A representatividade de uma amostra ocorre quando a combinação desses dois fatores possui valores menores que o máximo estabelecido entre as partes interessadas, usualmente, o produtor e o consumidor. Ainda segundo essa teoria, existem alguns erros de amostragem que não podem ser eliminados: erro fundamental, erro de segregação e grupamento e erro de integração. Como consequência, sempre existirá um erro associado ao resultado de qualidade de um lote.

Infelizmente, esse comportamento não é levado em consideração nem pelos contratos de comercialização dos produtos resultantes do tratamento de minérios, nem pelas Normas Técnicas de Amostragem. Isso ocasionando freqüentes desentendimentos entre as partes e suscitando dúvidas sobre a qualidade dos trabalhos executados nos laboratórios. Além disso, uma das regras básicas da teoria da amostragem continua sendo desconsiderada por muitas Normas Técnicas (ISO, 1998A e 1998B; ASTM, 1996). Segundo essa regra, qualquer partícula componente do lote deve possuir a mesma probabilidade de ser coletada e pertencer à amostra que servirá para a realização do controle de qualidade. A amostragem que segue essa regra é considerada estatisticamente correta. Dessa forma, é possível estimar, para qualquer resultado de controle de qualidade, uma faixa de erro devida aos fatores relacionados à variabilidade do material particulado. Os tipos de amostragem considerados estatisticamente corretos, desde que seguidos alguns cuidados de dimensionamento e operação, são os executados por helicóides e por amostradores automáticos instalados em transportadores de correia. Todos os outros tipos de amostragem, inclusive a amostragem manual, são considerados incorretos (Goes *et al.*, 2004).

Uma vez que os procedimentos de amostragem estão associados a uma série de erros inerentes às características peculiares de cada material e ao processo de obtenção da amostra, a probabilidade de essa amostra representar perfeitamente o universo da qual foi retirada é remota. Assim, as características analisadas em diferentes amostras de um mesmo universo apresentarão uma dada variabilidade que deve ser minimizada segundo técnicas estatísticas.

No Brasil, a amostragem manual ainda é empregada por muitas empresas. Isso motivou a elaboração deste capítulo, que tem por finalidade descrever as técnicas mais usuais no processamento mineral, indispensáveis à obtenção e à preparação de amostras representativas (Assis e Salum, 1993).

2. CONCEITOS BÁSICOS

Para compreensão dos itens discutidos, a seguir, tem-se a definição dos principais termos utilizados nos processos de amostragem.

Amostragem

A amostragem é o conjunto de operações destinadas à obtenção de uma amostra representativa de uma dada população ou universo. Uma amostra é considerada representativa quando as propriedades do universo (teor dos diversos elementos, constituintes mineralógicos, massa específica, distribuição granulométrica, etc.), estimadas com base nessa amostra, inserem uma variabilidade estatisticamente aceitável.

A amostragem pode ser probabilística ou não. Na amostragem probabilística, os procedimentos são realizados de forma a garantir que todos os elementos da população tenham uma probabilidade conhecida de integrar a amostra; e esta probabilidade é superior a zero. Esse é o caso mais comum das operações de amostragem, em que o objetivo básico é a obtenção de amostras representativas do universo (Bolfarine e Bussab, 2000).

A amostragem não probabilística poderá ser intencional, quando realizada com objetivos específicos do investigador, ou não intencional, regida por critérios de conveniência e/ou de disponibilidade. Exemplos disso são as

amostragens realizadas em diferentes regiões do perímetro de transbordo de uma coluna de flotação, que têm por finalidade avaliar a homogeneidade da resposta metalúrgica do equipamento.

A amostragem é usualmente realizada em quatro etapas, descritas como a seguir.

Elaboração do plano de amostragem – este fundamenta-se na determinação da qualidade necessária para a amostragem, participando das definições do universo, do objetivo e da seqüência de operações utilizadas. O sistema de amostragem a ser utilizado depende de diversos fatores, dentre os quais podem ser destacados o tamanho das partículas, a massa específica, a umidade, etc.

Obtenção da amostra – consiste na determinação da seqüência e do número de coletas das amostras, que depende do tipo e da precisão requerida para a amostragem, das características dos fluxos, etc.

Preparação da amostra – trata-se do conjunto de operações necessárias à adequação da amostra ao método de determinação do parâmetro de qualidade. Dentre essas atividades, podem ser ressaltadas a secagem, a redução de tamanho, a homogeneização, o quarteamento, etc.

Determinação de um parâmetro de qualidade – inserem-se as análises dos parâmetros que irão determinar a qualidade do universo. Dentre eles podem ser citados os teores de diversos elementos, a umidade, a distribuição granulométrica, etc.

Seleção da Amostra

Um sistema ideal de amostragem requer a análise individual de partículas coletadas aleatoriamente, de forma que todas as partículas tenham igual probabilidade de serem escolhidas. Entretanto, esse tipo de amostragem torna-se, na maioria das vezes, impraticável devido às dificuldades inerentes a esse processo. Os métodos de partilhas sucessivas, utilizados no quarteamento por meio dos quarteadores Jones ou em cone, quando corretamente aplicados, buscam uma aproximação com o sistema ideal de amostragem.

A coleta manual de amostras só é viável para sistemas quase que totalmente homogêneos. Quando o material é heterogêneo, torna-se necessária a coleta manual de uma série de amostras em diferentes locais, com mesclagem intermediária. Essa é talvez a única alternativa prática para amostragem de universos muito grandes.

Em algumas circunstâncias, as amostras podem ser analisadas separadamente, gerando informações sobre a heterogeneidade da mistura e sobre a extensão dos problemas amostrais.

Tamanho da Amostra

Para calcular o tamanho da amostra teórica, é necessário estabelecer previamente o nível de confiança e o grau de precisão. Uma vez realizada a amostragem, o grau de precisão depende do tamanho da amostra, do nível de confiança pretendido para as generalizações e do erro-padrão das estatísticas amostrais (Ladeira, 1987).

O exame de determinadas propriedades de sistemas particulados realizado em uma amostra com tamanho (massa ou volume) não adequadamente escolhido pode estar afetado de erros significativos. Em outras palavras, o tamanho mínimo da amostra deve ser tal que cada constituinte possa estar incluído em um dado número de partículas. Para sistemas contendo algumas partículas de interesse, podem ser necessárias amostras de grande tamanho para a avaliação de seus componentes.

Intervalo de Amostragem.

O intervalo de amostragem é o tempo transcorrido entre a coleta dos diversos incrementos que compõem a amostra primária.

Universo

O universo pode ser definido como a massa original de um dado material do qual se deseja conhecer propriedades específicas, segundo as análises realizadas em uma amostra.

No caso dos processos de tratamento de minérios e hidrometalúrgicos, o universo a ser amostrado pode ser o material que está em trânsito em alguma etapa do processamento ou estocado em tanques e pilhas. Frequentemente, o universo é denominado lote, podendo ser manipulável ou não. Para cada etapa, os métodos de amostragem são diferentes (Merks, 1985).

Incremento

Ao considerar a variabilidade das características dos materiais nos diversos tipos de fluxo, tanto em relação à posição quanto ao tempo, muitas vezes são necessárias coletas de diversas porções em posições ou intervalos de tempo diferentes, de forma a compor a amostra. Cada porção retirada do lote é denominada incremento.

Amostra Primária

A composição dos vários incrementos retirados ao longo de um determinado intervalo de tempo constitui a amostra primária, que é a quantidade de material manipulável resultante da amostragem propriamente dita.

Amostra Final

A amostra primária frequentemente possui massa superior àquela adequada para a realização das análises, ou mesmo dos testes de processo. Em função disso, usualmente, a amostra primária passa por processos de redução de tamanho dos grãos e de massa, sendo a amostra resultante denominada amostra final.

Quarteamento

Para obtenção da amostra final, é necessário dividir a amostra primária em alíquotas de menor massa. A operação realizada com esse objetivo é denominada quarteamento. Essa operação pode ser feita manualmente ou com auxílio de quarteadores mecânicos. Na Figura 1, está ilustrado, no diagrama de blocos, um exemplo genérico do processo de amostragem.

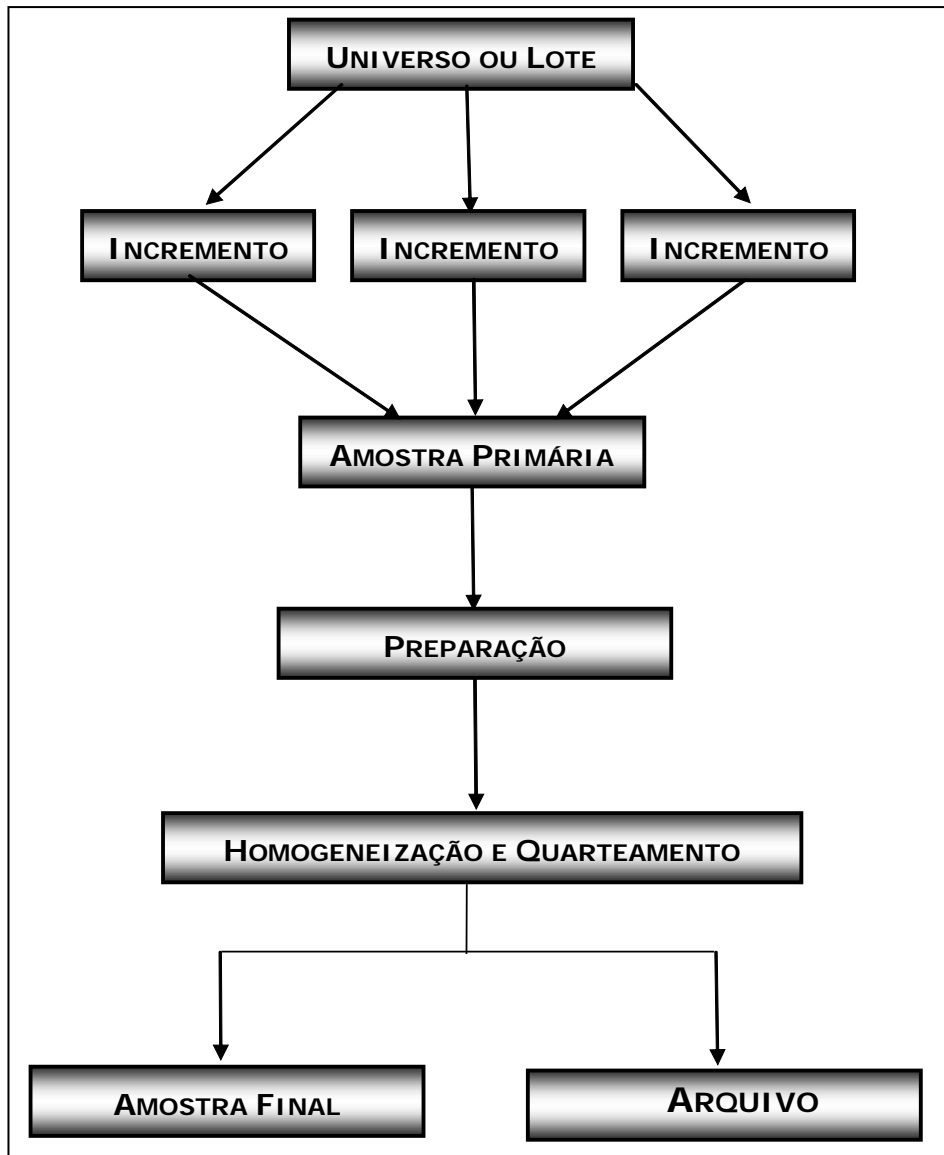


Figura 1 – Diagrama de blocos para um exemplo genérico do processo de amostragem em tratamento de minérios.

3. TÉCNICAS DE AMOSTRAGEM

Na maior parte das operações de processamento mineral, considera-se o minério como sendo um meio físico descontínuo. Nesse caso, para utilizar um processo de seleção pontual é empregado o modelo probabilístico. A amostragem probabilística compreende dois processos: processo de amostragem por incremento e processo de quarteamento.

Processo de Amostragem por Incremento

A amostragem por incremento consiste na coleta de um número tal de incrementos tomados em função de seus tamanhos, formas e disposição no corpo original. São determinados segundo o conhecimento dos valores de segregação e a taxa de mudança desses valores com a posição. A amostragem correta por incrementos deve produzir uma curva normal de distribuição. É aplicável a lotes não manuseáveis e a certos lotes manuseáveis. As etapas necessárias à amostragem estão descritas a seguir (Eickmers e Hollis, 1967).

Integração - seleção dos incrementos pontuais realizada de forma a garantir que esses incrementos representarão o universo dentro do erro estatístico definido.

Delimitação de incrementos - definição do tamanho de cada incremento a ser extraído do universo amostrado.

Extração dos incrementos - obtenção dos incrementos propriamente ditos.

Reunião - mistura dos incrementos extraídos que compõem a amostra real, que deve ser representativa do universo com a precisão definida no plano de amostragem.

Processo de Quarteamento

Aplica-se exclusivamente a lotes manuseáveis, devendo ser repetido tantas vezes quanto necessário para se obter o peso requerido da amostra. O processo de quarteamento consiste em três etapas como detalhadas a seguir.

Delimitação das frações - divisão geométrica do domínio ocupado pelo lote, gerando frações modelo. Esta divisão é feita por aparelhos ou instrumentos de partilha, podendo ser realizada de três maneiras diferentes:

lote estacionário com instrumento em movimento – **cone quarteamento, pazada alternada etc.;**

lote em movimento com aparelho estacionário – **divisor riffles, divisor setorial rotativo;**

lote e aparelho em movimento – **divisor setorial.**

Separação - materialização da partição geométrica, gerando as frações reais.

Seleção - escolha das frações reais que serão guardadas como subamostras e, por último, a obtenção da amostra real a partir da reunião das subamostras.

4. TÉCNICAS DE AMOSTRAGEM EM LOTES MANUSEÁVEIS

A obtenção de amostras de material particulado proveniente de fluxos, pilhas, caminhões, etc. é dificultada pela segregação, que ocorre em duas situações:

- (i) tendência do material fino a se concentrar no centro, quando o mesmo é depositado em pilha;
- (ii) tendência do material grosso a se concentrar na superfície, mesmo que tenha maior densidade, quando submetido à vibração.

Uma boa amostragem é feita com o minério totalmente seco ou então sob a forma de polpa. A umidade pode favorecer a formação de agregados de partículas finas, aumentando o erro devido à segregação.

Quando a amostra é retirada de um fluxo contínuo, a amostragem pode ser contínua ou intermitente. Na amostragem contínua, uma porção do fluxo é dividida e, freqüentemente, subdividida depois. Na amostragem intermitente, são retiradas amostras do fluxo total em pequenos intervalos fixos de tempo, as quais são reunidas para formar a amostra global.

Uma regra geral para toda amostragem consiste na coleta da amostra, sempre que possível, quando o material estiver em movimento, o que é fácil em processos contínuos. Logo, a amostragem de carregamentos (caminhão, vagão, etc.) deverá ser feita durante o enchimento ou o esvaziamento dos mesmos.

A amostragem pode ser feita manual ou automaticamente. Os resultados obtidos com amostragem automática são mais confiáveis que aqueles oriundos da amostragem manual, embora seja esta mais utilizada em tratamento de minérios.

As técnicas de amostragem manual podem ser realizadas com materiais em movimento ou estáticos. Embora sejam largamente utilizadas na indústria mineral, são técnicas pouco recomendáveis, uma vez que estão usualmente associadas a uma série de pequenos erros, tais como:

- (i) variação no intervalo de tempo de coleta das amostras ou incrementos;
- (ii) variação na velocidade de coleta dos incrementos;
- (iii) perda de partículas durante a coleta dos incrementos;
- (iv) contaminação por material diferente e heterogeneidade do material;
- (v) segregação localizada do material.

Mesmo com os problemas discutidos, a amostragem manual é freqüentemente utilizada na indústria mineral, em função dos elevados custos dos amostradores automáticos. Ressalta-se que, devido às suas limitações, os critérios de execução devem ser os mais rígidos possíveis, de modo a permitir a obtenção de amostras com erros estatisticamente aceitáveis.

Amostragem em Correia Transportadora

A amostragem em uma correia transportadora pode ser realizada manual ou automaticamente. Para coleta manual de incrementos de material, aconselha-se fazê-lo no final da correia, sempre que for possível o acesso a este ponto. Na Figura 2 pode ser observada a forma de coleta de incrementos no final da correia. Ressalta-se que o instrumento utilizado nessa coleta deve permitir o corte do fluxo completo do material que passa pela correia. Caso não seja possível, o número de incrementos necessários à composição da amostra final deverá ser maior para um mesmo nível de erro. Ainda na mesma figura, à direita, consta o desenho esquemático do procedimento de amostragem manual em um transportador de correia.

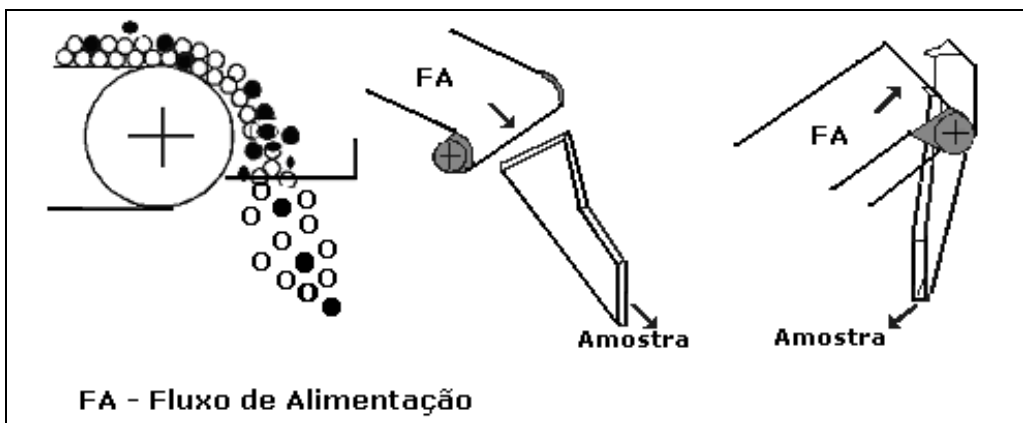


Figura 2 – Amostragem manual na extremidade final de uma correia transportadora.

Sugere-se para este tipo de amostragem, as seguintes recomendações:

- (i) o material coletado deve cair livremente e não deslizar na calha (*chute*).
- (ii) o tamanho da abertura da caneca de amostragem deve ter, no mínimo, três vezes o tamanho da maior partícula da amostra;
- (iii) o movimento da caneca deve percorrer toda a seção transversal do fluxo e a remoção da mesma deve ser a uma velocidade tal que não haja transbordamento, por isso, o volume da caneca deve ser devidamente dimensionado;
- (iv) a amostra final deve ser formada pela mistura de mais de uma amostra passada pelo fluxo.

Uma alternativa para amostragem na extremidade final de uma correia transportadora é a utilização de amostradores automáticos que cortam o fluxo completo da correia com velocidade constante. Na Figura 3 tem-se uma ilustração deste tipo de amostrador.

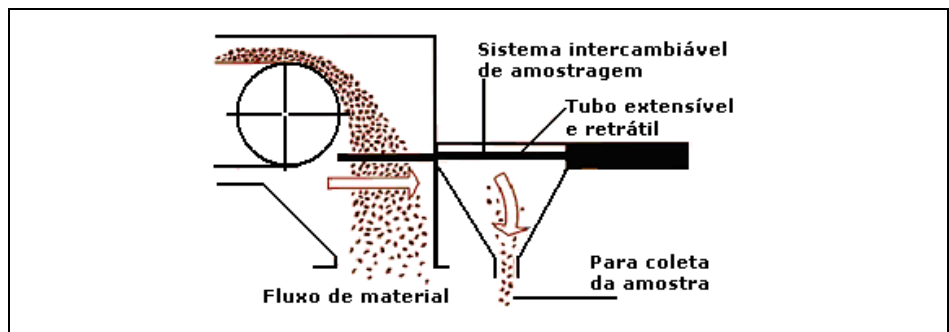


Figura 3 – Amostrador automático na extremidade final de uma correia transportadora.

Geralmente, a quantidade de amostra retirada em correias transportadoras é elevada. Essas amostras são indispensáveis nas definições: das taxas de alimentação ou de produção, na determinação granulométrica, da densidade e do teor de elementos constituintes do minério, dentre outras.

Outro procedimento utilizado, quando não é possível o acesso ao fluxo de material no final da correia, é a amostragem sobre a correia. Para que essa amostra seja tomada manualmente, faz-se necessário parar a correia. Nesse caso, devem ser tomadas medidas de segurança, tais como o bloqueio elétrico do movimento da correia, etc.

Após a parada do transportador, pode-se retirar uma amostra bem determinada sobre a correia, com o auxílio de um dispositivo tipo armação, desenvolvido para amostragem. Esse dispositivo é constituído de placas que são colocadas sobre o material e pressionadas para baixo, até que suas extremidades toquem a correia. O material fora da armação é afastado e o que está entre as placas é coletado, constituindo a amostra. O procedimento está ilustrado na Figura 4.



Figura 4 – Procedimento de amostragem em correia transportadora parada.

Quando não for possível parar a correia poderão ser utilizados amostradores automáticos, conforme se observa na Figura 5, bem como o seu princípio de funcionamento.

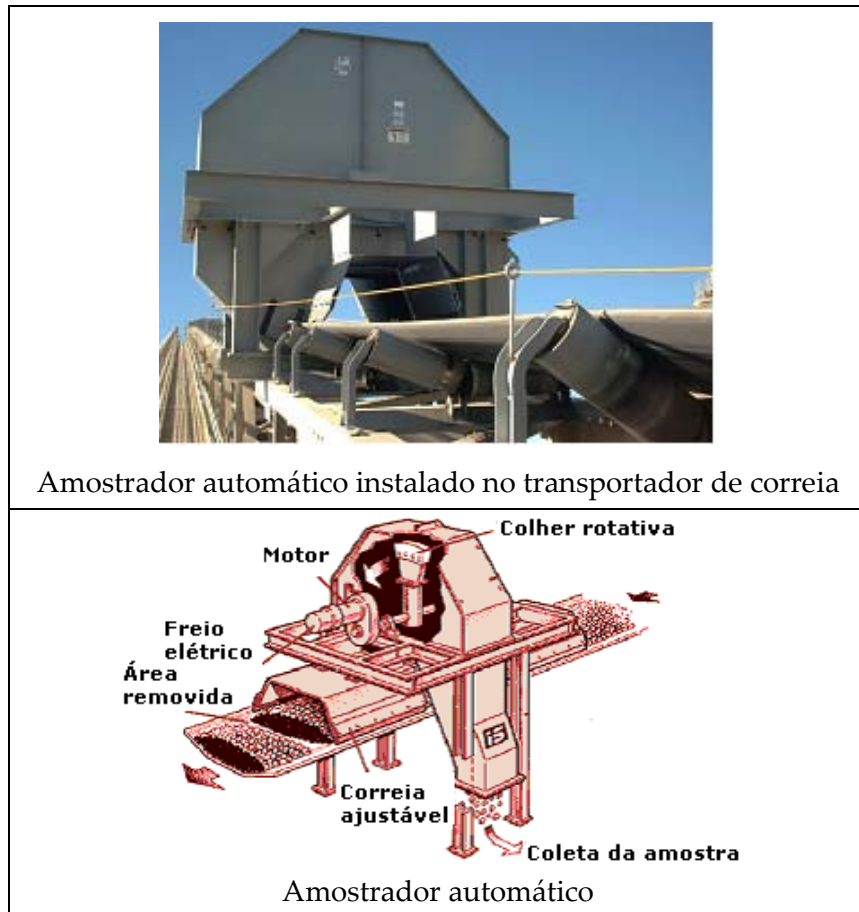


Figura 5 – No primeiro plano, um amostrador automático instalado na correia transportadora e, no segundo plano, sua representação esquemática.

Sacos

Para a amostragem de material em laboratório e materiais acondicionados em sacos, faz-se uma seleção aleatória ou sorteio dos sacos. Cada saco selecionado deverá ser examinado, individualmente. Para isso, é importante obter amostras representativas de cada saco, as quais deverão ser examinadas separadamente, de forma a permitir uma estimativa da variância entre as amostras do mesmo saco e avaliar se esta variância se encontra em nível aceitável.

A amostragem poderá ser feita utilizando espátulas (Figura 6). Neste caso, supõe-se que o material no ponto de inserção da espátula seja representativo do todo. Por outro lado, quando se deseja maior representatividade da amostra podem ser utilizadas hastes ou sondas que permitem amostrar o corpo do material. Para a retirada da amostra de material granular, a haste é pressionada sobre o material mantendo a câmara interna fechada. Quando na posição desejada, o tubo interno é girado para permitir que o material penetre na câmara interna. Após o enchimento da câmara de amostragem, o tubo interno é girado para a posição fechada, retirando-se a haste.

A câmara de amostragem da haste, tipo 1, ocupa o seu comprimento total, permitindo a obtenção de uma amostra correspondente à média da seção transversal do saco (Figura 6). No tipo 2, a câmara de amostragem está no final da haste, permitindo retiradas de amostras pontuais. No tipo 3 existem três ou mais câmaras de amostragem separadas ao longo da haste.

As espátulas e hastes não devem ser utilizadas para amostragem de materiais com grande variação granulométrica e quantidade significativa de finos, porque estes últimos percolam através dos grossos e geram, nessas condições, amostras que podem não ser representativas. Além disso, nas amostragens por hastes algumas partículas podem ficar presas entre os dois tubos, dificultando o seu fechamento. Em termos de precisão, a espátula e a haste são semelhantes.

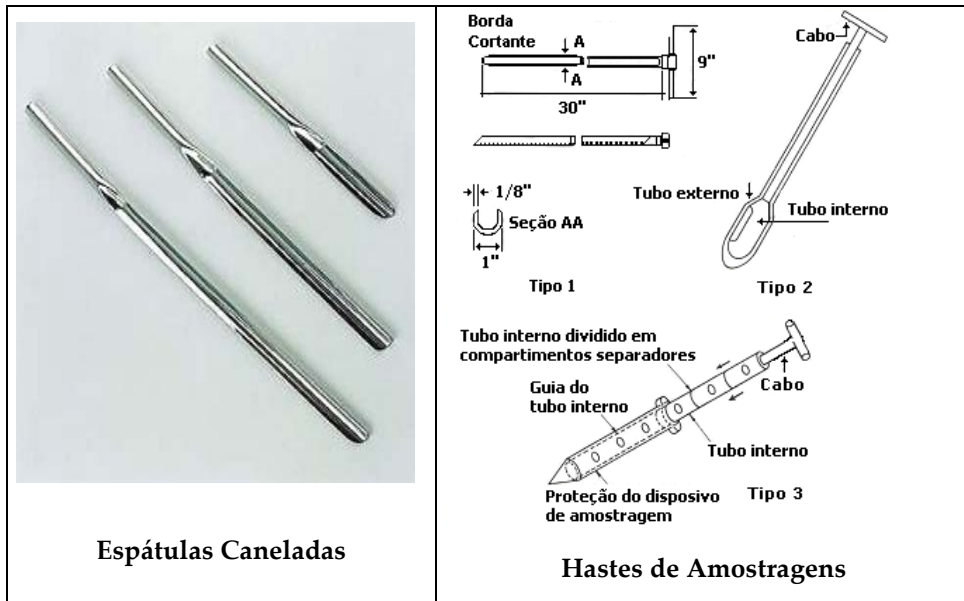


Figura 6 – Representação esquemática das espátulas e hastes de amostragem utilizadas para retiradas de alíquotas de amostras acondicionadas em sacos de laboratório.

Pilha de Homogeneização

Essa técnica de amostragem é muito útil na obtenção de amostras para caracterizar e alimentar um circuito contínuo de concentração mineral. Com base nas pilhas, o material alimentado nas plantas possui uma distribuição mais uniforme dos constituintes, tanto no que se refere às propriedades físicas como químicas e mineralógicas. Antes de se iniciar a formação deste tipo de pilha, deve-se realizar uma pré-homogeneização do material, segundo pilhas cônicas ou tronco de pirâmide, que auxiliam na dissipação de agrupamentos de partículas de qualquer natureza e, portanto, minimizam o erro de segregação. As pilhas de homogeneização são muito práticas nos trabalhos de campo, porque não utilizam equipamentos sofisticados.

As pilhas de minério que alimentam as plantas industriais são de grande capacidade, ou seja, devem ser capazes de manter as mesmas características da alimentação por períodos de até uma semana. A amostragem dessas pilhas é importante para determinação das características granulométrica, química e

mineralógica da alimentação das usinas. Entretanto, considerando os volumes de sólidos manuseados e a distribuição granulométrica dos materiais nessa fase do processo, usualmente mais grossa, a obtenção de amostras representativas de pilhas é difícil de ser obtida. Nessa condição, a melhor alternativa de amostragem consiste em tomar incrementos durante todo o processo de formação da pilha, compor a amostra final e passar pelos estágios de preparação.

Amostragem de Polpas

Uma vez que a maioria das usinas de concentração mineral e de hidrometalurgia processam os minérios a úmido, a amostragem de fluxos de polpa é muito utilizada para acompanhamento da qualidade dos fluxos intermediários e finais nos circuitos piloto e industrial.

A amostragem de polpas pode ser realizada por meio de diversos tipos de amostradores automáticos. Estes amostradores possuem como, característica comum o corte de todo o fluxo num determinado intervalo de tempo (Figura 7). O Amostrador de Osborne consiste de uma ranhura que gira continuamente sobre um eixo paralelo ao fluxo de polpa. Ainda, na Figura 7, está ilustrado o amostrador idealizado por Osborne para amostragem de fluxo contínuo, o qual requer um volume pequeno e constante de material. Esse mecanismo consiste em alimentar um tanque de amostragem bem agitado e retirar uma amostra representativa a uma taxa de fluxo controlada.

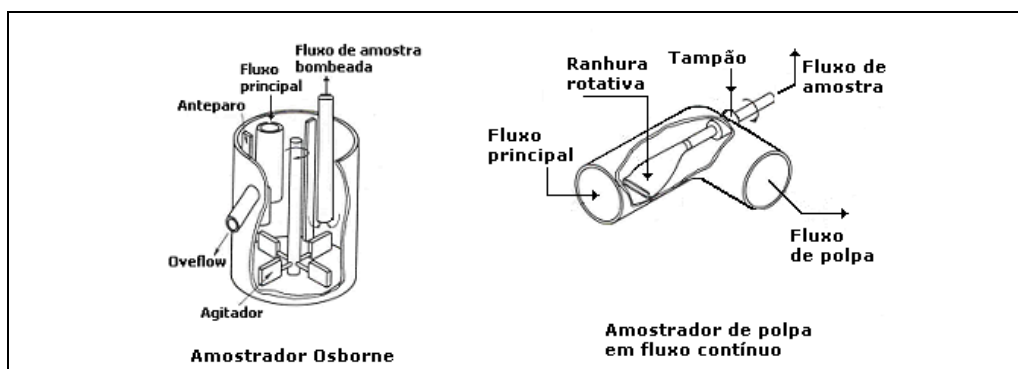


Figura 7 – No primeiro plano, amostrador idealizado por Osborne para amostragem de fluxos contínuos de polpa e, no segundo plano, amostragem de polpa com fluxo contínuo.

Além destes, existe um grande número de outros amostradores automáticos que apresentam excelentes resultados em termos de qualidade e representatividade das amostras (Figura 8).

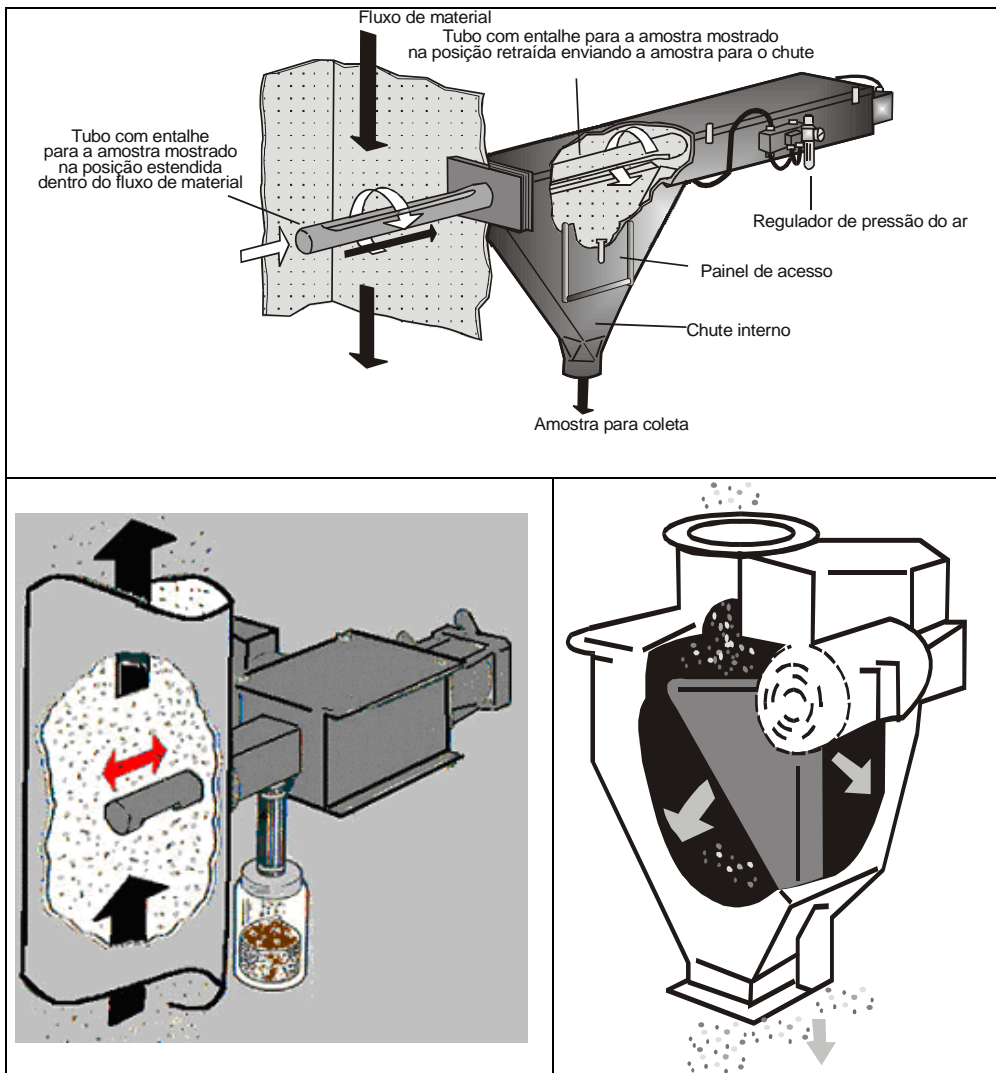


Figura 8 – No primeiro plano, amostrador de polpa em tubo com entalhe e, no segundo plano, amostradores de polpa em operação.

A amostragem manual de polpa pode ser realizada de diversas maneiras, mas as seguintes recomendações são fundamentais para garantir a representatividade da amostra coletada:

- (i) o movimento da caneca através do fluxo de material deve percorrer toda a seção transversal desse fluxo;
- (ii) o tamanho da abertura da caneca de amostragem deve ser proporcional ao tamanho da maior partícula da amostra, ou seja, no mínimo três vezes maior;
- (iii) o tamanho da caneca deve ser tal que, em uma passada, tenha capacidade de armazenar o volume equivalente ao material da seção transversal do fluxo;
- (iv) deve-se mover a caneca a uma velocidade tal que não haja transbordamento, logo, o volume da caneca deve ser compatível com o volume de polpa no fluxo;
- (v) após a coleta de um fluxo, parte da amostra coletada não deve ser retornada, caso o tamanho da amostra assim obtida seja muito grande, para redução de sua massa é necessário homogeneizar e quartear o volume amostrado em um quarteador de polpa;
- (vi) a amostra final deve ser formada pela mistura de vários incrementos coletados na passagem da caneca, pelo fluxo estabelecido em um plano de amostragem;
- (vii) deve ser estabelecido um volume padrão de amostragem que permita a comparação entre os resultados.

O tamanho da amostra depende da abertura da caneca e da sua velocidade através do fluxo. Ressalta-se que esta velocidade não pode ser tão elevada a ponto de desviar o fluxo de minério.

A frequência de corte de uma amostra depende do conhecimento de algumas características do material. Quanto mais uniformes forem o material

e o seu fluxo, menor será a necessidade de se cortar a amostra com precisão. Por outro lado, quanto maior o número de incrementos tomados, mais representativa será a amostra final. Entretanto, cuidados devem ser tomados com o grande volume da amostra gerada.

Uma alternativa para reduzir o volume de amostra nos pontos do circuito é a utilização do carretel quarteador (Figura 9). Esse carretel é instalado na tubulação principal e opera continuamente desviando parte do fluxo para uma tubulação paralela. A amostragem do fluxo principal é realizada na tubulação paralela, de menor vazão volumétrica, permitindo a obtenção de amostras com massa menor, sem perda da representatividade.

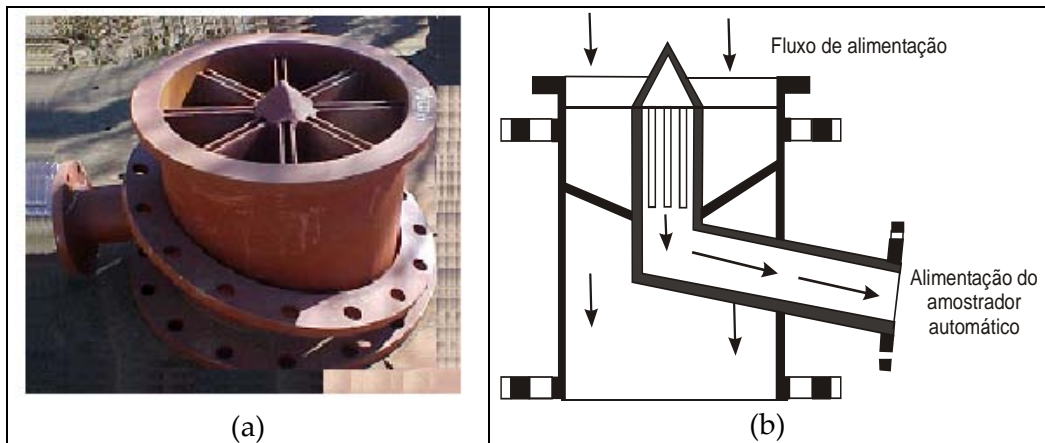


Figura 9 – Em (a), carretel quarteador usado para reduzir volumes de amostras obtidas em fluxo contínuo e, em (b), seu desenho esquemático.

5. MÉTODOS E APARELHOS DE QUARTEAMENTO

Enquanto a coleta de amostras é uma operação de campo, por ser realizada nos lugares onde se encontram as instalações, a operação que se segue à coleta, é realizada em lugares apropriados.

Após a coleta das amostras, segue-se a preparação e as principais técnicas usadas são: secagem, fragmentação, homogeneização e quarteamento. Destas, a única que estará obrigatoriamente inserida em uma seqüência completa de amostragem é a homogeneização.

Quarteamento em Polpa

As massas de minérios amostradas são usualmente superiores à massa mínima necessária para garantir a representatividade de um dado universo. Assim, a primeira etapa de amostragem consiste no quarteamento da amostra, ainda na forma de polpa. Para isso são utilizados equipamentos de concepção simples (Figura 10) que reduzem, significativamente, o manuseio da amostra.

Os quarteadores de polpa são constituídos por um cilindro com terminação cônica, no qual há uma válvula de abertura. Em seu interior há um agitador para homogeneizar o material. Ao abrir-se a válvula, o material cai em um disco giratório contendo várias repartições. Cada repartição constitui uma fração do quarteamento. Caso se deseje um número menor de frações, juntam-se as amostras das repartições diametralmente opostas.



Figura 10 – Quarteador de polpa utilizado para quarteamento de amostras obtidas em operações piloto e/ou industrial.

Os divisores rotativos devem ser evitados na amostragem de lotes de pequena massa, de produtos úmidos ou de alta viscosidade, de minérios grossos ou de polpas instáveis, sem agitação prévia.

Homogeneização

A homogeneização da amostra primária tem por objetivo obter uma distribuição mais uniforme dos constituintes, permitindo assim o quarteamento em frações de menor massa. Os métodos de homogeneização mais utilizados são as pilhas, na forma de tronco de cone ou longitudinais. Estas também são conhecidas como pilhas prismáticas de homogeneização.

Para construção de uma pilha tronco de cone, o material é colocado sobre uma lona quadrada. Os vértices do quadrado são levantados, alternadamente, de forma a fazer com que o material da base da pilha de um dos lados seja alocado no topo da pilha, em cada passada. Na Figura 11 tem-se uma representação esquemática da construção de uma pilha cônica. Depois de algumas repetições desta atividade, a pilha é considerada homogênea. Este processo pode também ser realizado utilizando duas espátulas triangulares, com as quais se toma a base da pilha em lados opostos revolvendo-a para o centro.

A construção das pilhas longitudinais é realizada distribuindo-se o material, longitudinalmente, em uma bancada, mediante sucessivas passagens. Construída a pilha, as extremidades devem ser retomadas e novamente espalhadas sobre seu centro. A pilha formada tem a seção em tronco de pirâmide (Figura 11).

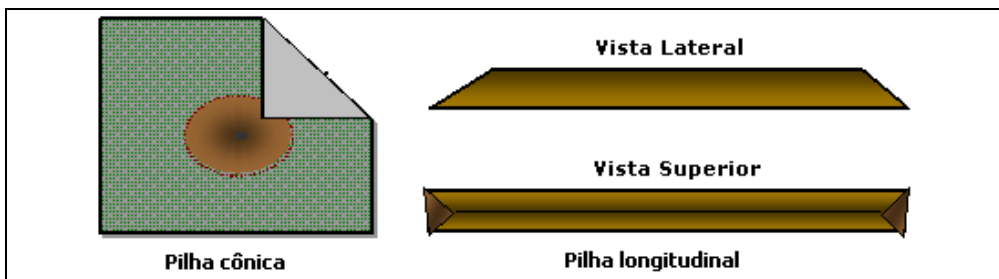


Figura 11 – Representação esquemática da construção de pilhas cônica e longitudinal.

Quarteamento

A operação de quarteamento é realizada com o objetivo de reduzir a massa a ser manuseada e preparar as alíquotas para análise granulométrica, química, mineralógica, peso específico, etc. Essas operações são realizadas a seco e podem ser manuais ou utilizando equipamentos de concepção simples, mas de grande importância na obtenção de amostras finais, com características similares do ponto de vista estatístico. A seguir estão descritos os principais métodos utilizados no quarteamento de amostras de minério.

Pazada Fracionada

A pazada fracionada de ordem P é uma generalização da pazada alternada (Figura 12), a qual consiste em retomar um lote de material com uma pá (manual ou mecânica) e colocar a primeira pazada no topo de E1, a segunda no topo de E2, a terceira em E1 e assim sucessivamente. Obtêm-se duas frações gêmeas em E1 e E2.

A divisão é correta se a taxa de enchimento da pá for sucessivamente constante. A separação é correta se o operador proceder “cegamente”, seguindo regularmente o contorno do lote, até o esgotamento. O quarteamento é equitativo, desde que corresponda, efetivamente, a uma separação em P amostras potencialmente gêmeas e que a escolha da amostra real seja feita ao acaso, dentre aquelas. Como a variância (σ^2) só depende da massa da amostra (P), na prática, para reduzir o erro de segregação para valores aceitáveis com a economia do processo, admite-se que cada fração gêmea seja constituída por 30 pazadas. Assim, a dimensão média da pazada será dada pela expressão da Equação [1].

$$M_n = \frac{M_L}{30P} \quad [1]$$

onde:

M_L massa do lote;

P taxa de redução escolhida.

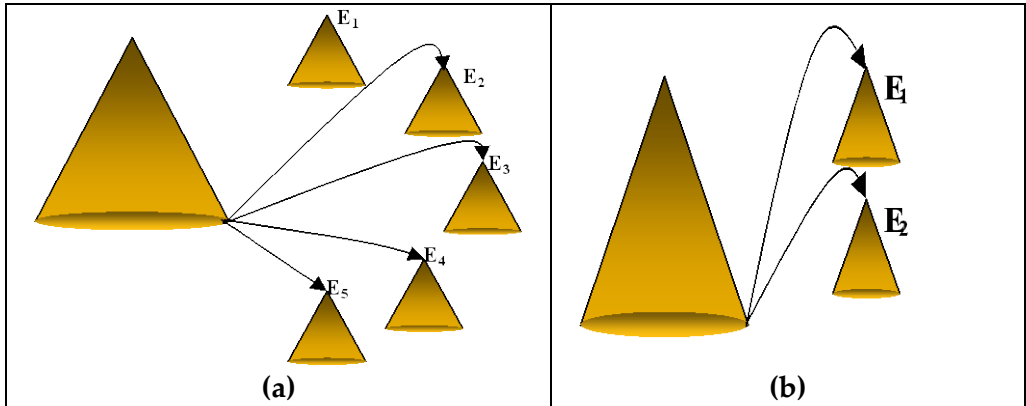


Figura 12 – Quarteamento de amostra. Em (a), pazada fracionada, em (b), pazada alternada.

O método das pazadas é aplicável a lotes maiores, tendo a vantagem de ser barato, rápido e requerer menos espaço. Quando comparado com o quarteamento em cone, é mais preciso, confiável e seguro. A amostragem por este método pode acarretar a obtenção de uma amostra não representativa do todo, em decorrência do efeito de segregação durante o empilhamento do minério. Desse modo, o operador e o engenheiro, responsáveis pelos trabalhos, devem ter maior rigor na execução dos trabalhos de amostragem.

Pazadas Manual e Mecânica

As pazadas manual e mecânica são utilizadas para materiais secos, úmidos ou até mesmo sólidos argilosos. Sua aplicação está sumarizada na Tabela 1.

Tabela 1 – Características das pazadas manual e mecânica.

Propriedade	Pazada	
	Manual	Mecânica
Tamanho máximo de partículas	100 mm (4")	250 a 300 mm
Peso do lote	tonelada	milhares de toneladas
Peso da amostra	próximo de um grama	toneladas
Tamanho da pá	$M_L/30P^*$	$M_L/30P^*$
M _L – Massa do lote P = Número de pilhas		

Pilhas Cônicas

O quarteamento em pilhas cônicas é um dos métodos mais antigos de fracionamento de amostras. Este método consiste em homogeneizar o material cuidadosamente e formar uma pilha cônica. O objetivo de se formar uma pilha cônica é obter uma pilha, na qual a segregação deve ser simétrica em relação ao vértice do cone. Depois de feito o cone, o vértice é achatado para facilitar a divisão, e divide-se o material em quatro porções, segundo dois planos verticais que se cruzam no eixo geométrico do cone. Duas frações, em diagonal, são reunidas e as outras duas rejeitadas. Se for preciso uma amostra menor, repete-se o processo. Esta técnica é também chamada de quarteamento em lona ou bancada. É utilizada para pequenos volumes de amostras.

Este método é o menos indicado para amostragem de minérios muito heterogêneos e de granulometria grossa. Sua aplicação é generalizada devido à facilidade de sua execução (Figura 13). Na Figura 14, está esquematizada a seqüência de quarteamento em pilha cônica.

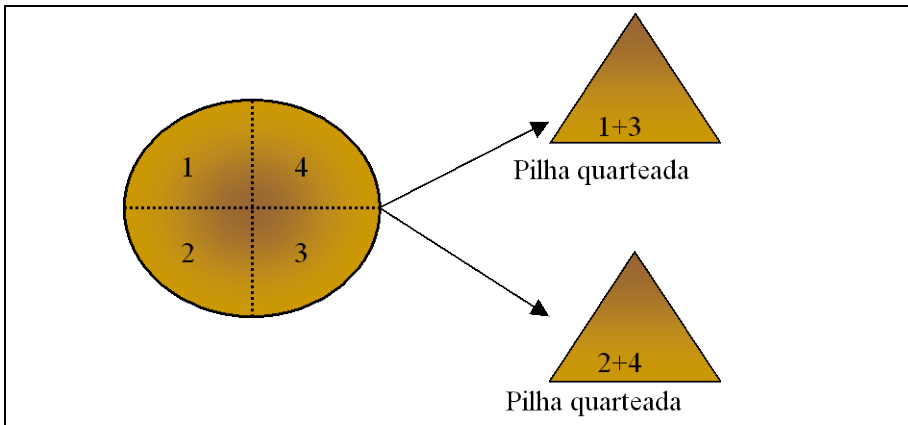


Figura 13 – Representação esquemática do quarteamento em pilha cônica

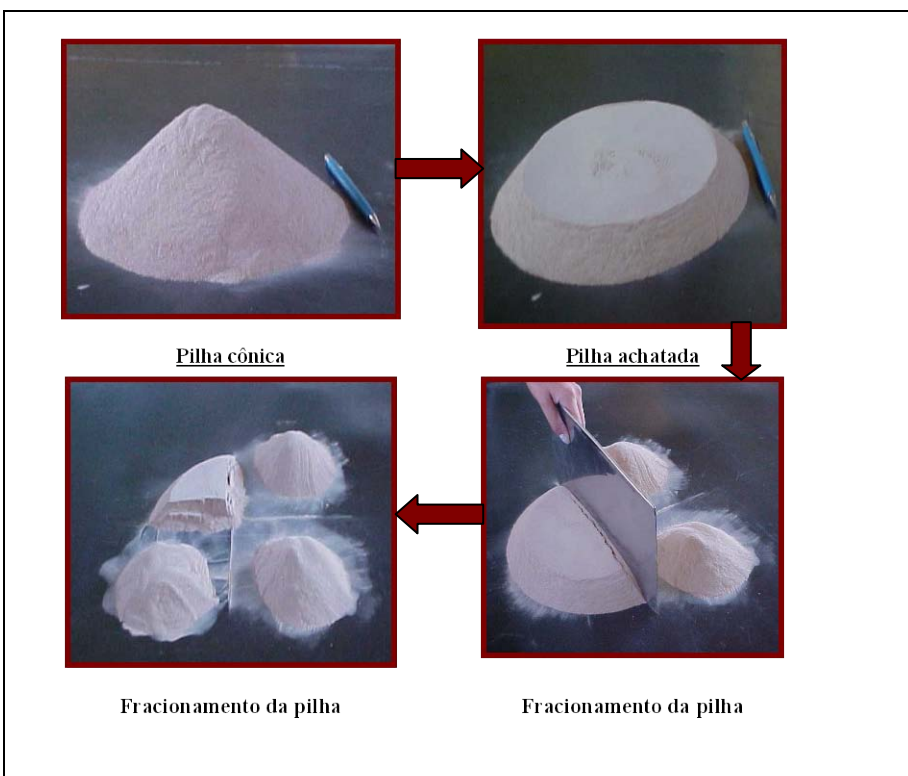


Figura 14 – Representação das etapas de fracionamento das pilhas cônica e achatada.

Pilhas Longitudinais

As pilhas longitudinais são formadas tomando-se o material e distribuindo-o ao longo de uma linha sobre o chão ou lona. Para construção da pilha, a primeira fração do minério é distribuída da esquerda para a direita, a segunda, da direita para a esquerda sobre a primeira e assim sucessivamente. A quantidade de minério em cada fração, tomada no lote inicial, deve ser suficiente para distribuí-la ao longo de toda a pilha, com velocidade constante. O material constituinte das extremidades deve ser retomado, sendo distribuído novamente ao longo da pilha.

A pilha formada deverá ser dividida em segmentos, utilizando-se a largura da pá como medida, os quais devem ser numerados como mostrado na Figura 15. O quarteamento é feito formando-se duas novas pilhas com as seções alternadas. A primeira tomando-se as porções de índices pares e a outra, as de índices ímpares. Caso seja necessário, repete-se a operação com uma das pilhas. Na Figura 15 estão ilustradas as etapas de formação da pilha longitudinal.

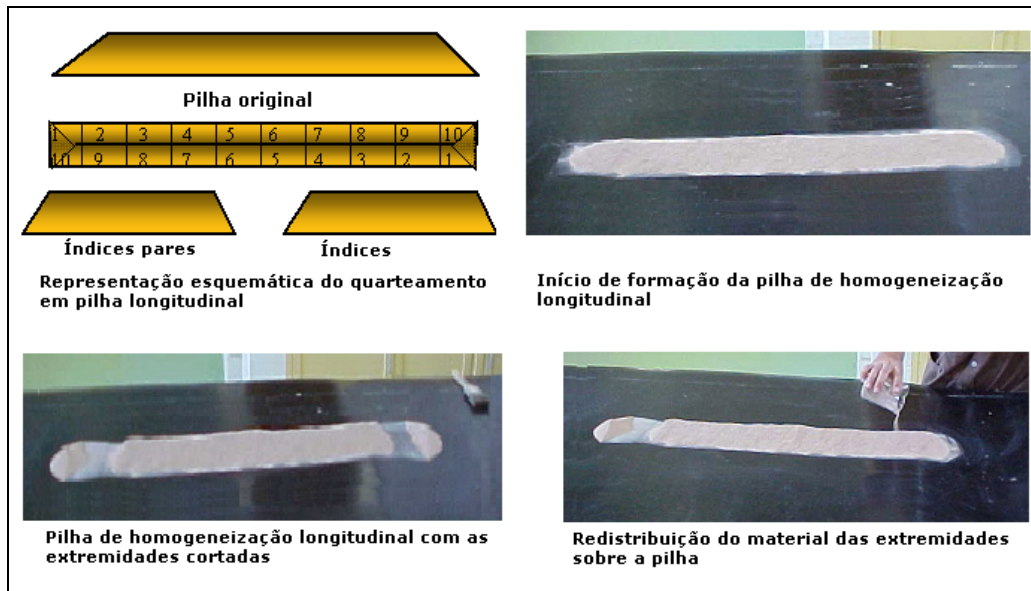


Figura 15 – Representação esquemática do quarteamento e etapas de preparação da pilha de homogeneização longitudinal.

Divisor de *Riffles* ou Quarteador Tipo Jones

O quarteador tipo Jones é constituído por uma série de calhas inclinadas (inclinação $> 45^\circ$) montadas, alternadamente, para um lado ou para outro. Abaixo do término dessas canaletas, são colocadas as caixas para recolhimento do material, uma do lado esquerdo e outra do lado direito. O número de calhas deve ser par e estas devem ter a mesma largura, sendo, no mínimo, três vezes o tamanho da maior partícula do lote a ser quarteado. Quanto maior o número de calhas, maior será a representatividade das amostras obtidas. A quantidade de amostra a ser adicionada no quarteador deve ser suficiente para cobrir o conjunto de calhas do mesmo. Além disso, a forma de distribuição da amostra sobre as calhas deve ser uniforme, isto é, não deve ser concentrada em uma parte das calhas, principalmente, quando o quarteador não dispõe de um retentor da amostra no fundo do silo de alimentação, como ilustrado na Figura 16.

O procedimento prático para a utilização do quarteador tipo Jones inclui a homogeneização inicial do lote e a distribuição do minério na calha central do divisor. O operador deverá colocar a amostra a ser quarteada, que deverá estar praticamente seca, na posição central da grade, de maneira lenta e contínua, para evitar a obstrução das calhas. Isso pode ser executado com uma pá ou com um terceiro recipiente coletor da amostra. Na Figura 16 observam-se as etapas de quarteamento em quarteador Jones.



Figura 16 – Ilustração sequencial do quarteamento de uma amostra em um quarteador Jones.

Divisão por Incrementos

Este método é aplicado, principalmente, em minérios de baixo teor e/ou minérios muito heterogêneos. As seguintes etapas devem ser seguidas:

- (i) escolher os equipamentos adequados ao quarteamento, de acordo com a granulometria do lote, como elucidado na Figura 17 e Tabela 2.
- (ii) homogeneizar a amostra e espalhá-la em uma lona, formando um retângulo;
- (iii) usando uma régua, dividir a amostra em quadrados com aresta próxima a duas vezes a largura da pá;
- (iv) com a pá selecionada, retirar um incremento de cada quadrado com a pá cheia, e, além disso, o movimento de coleta deve ser iniciado na parte inferior do quadrado.

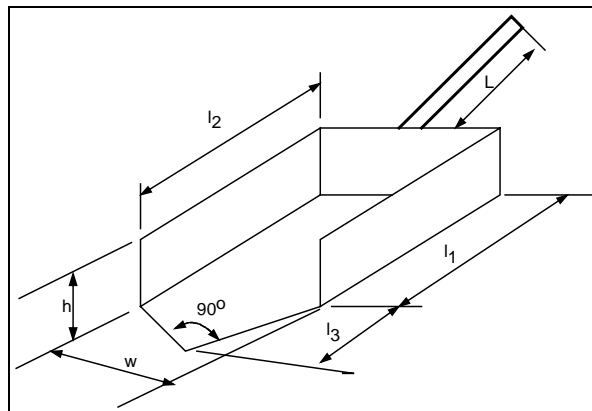


Figura 17 – Esquema ilustrativo do tipo de pá utilizada na tomada de incrementos no processo de amostragem.

Tabela 2 – Especificações de pás utilizadas nas partilhas de amostras.

Tamanho Máximo (mm)	Volume (mL)	Dimensões (mm)					Espessura (mm)
		w	h	l ₁	l ₂	l ₃	
1	15	30	15	30	25	12	0,5
3	40	40	25	40	30	15	0,5
5	75	50	30	50	40	20	1
10	125	60	35	60	50	25	1
15	200	70	40	70	60	30	2
20	300	80	45	80	70	35	2
30	400	90	50	90	80	40	2
40	800	110	65	110	95	50	2
75	4.000	200	100	200	170	80	2
100	7.000	250	110	250	220	100	2
125	10.000	300	120	300	250	120	2
150	16.000	350	140	350	300	140	2

Mesa Homogeneizadora/Divisora

Este equipamento consiste de uma calha vibratória, com vazão e altura de descarga variáveis, que descreve uma trajetória circular sobre uma mesa, sendo esta alimentada por um silo e acionada por um motovariador. A amostra alimentada no silo deve estar seca.

A mesa homogeneizadora e divisora (Figura 18) proporciona a formação de uma pilha circular, com seção triangular, que pode ser quarteada utilizando um dispositivo constituído de dois interceptores triangulares, articulados e reguláveis pelo deslizamento de seu suporte em um aro graduado. Esse aro pode ser colocado em qualquer posição da mesa.

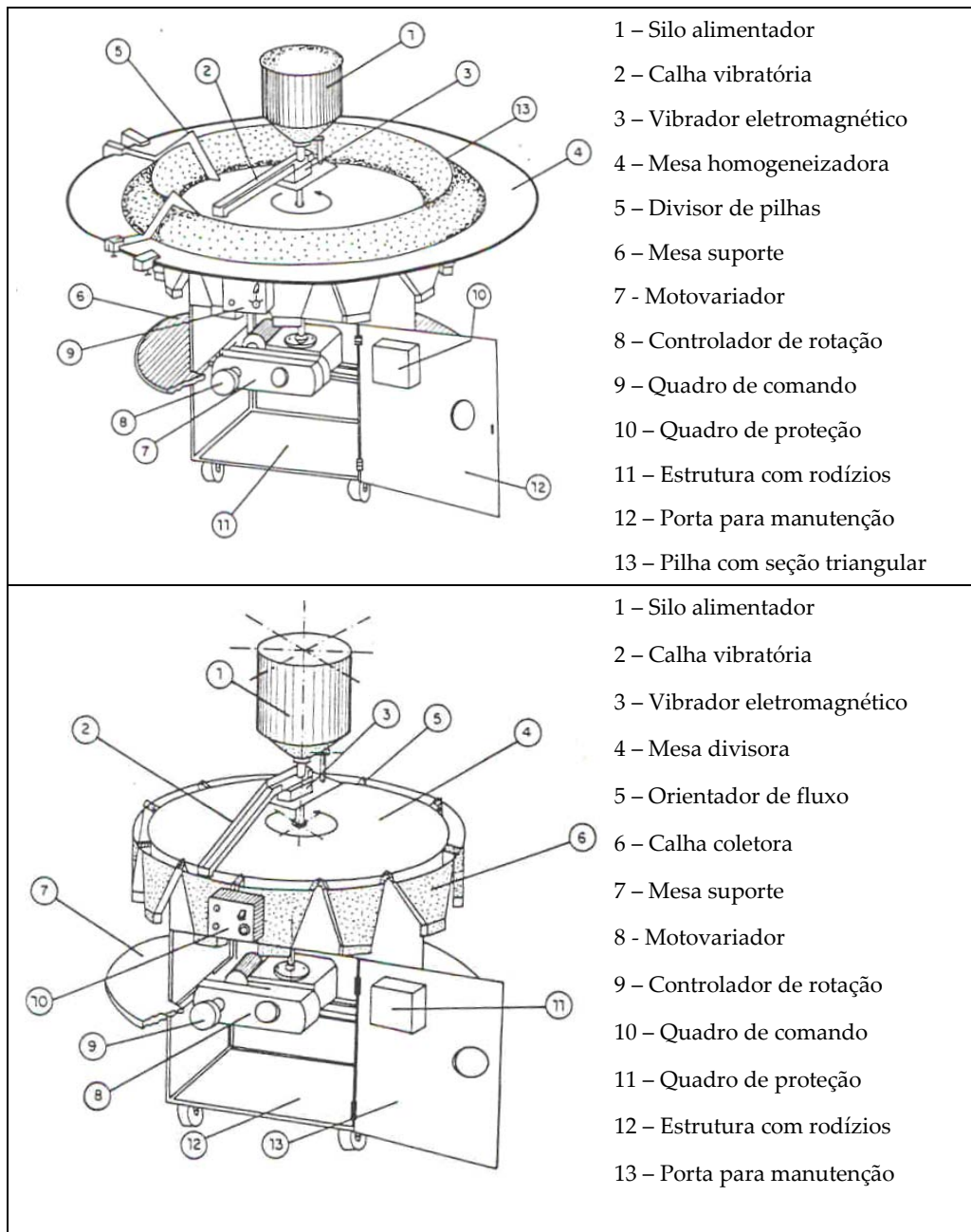


Figura 18 – No primeiro plano, mesa homogeneizadora de amostra, e no segundo, mesa divisora de amostra (Luz *et al*, 1984).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen T. Sampling of Powders. In: Scarllet, B. (Ed.). Particules size measurement, powder technology series. London: Third Edition, 1981, p.1-35.
- Assis, S. M.; Salum, M. J. Aulas Práticas de Tratamento de Minérios. Universidade Federal de Minas Gerais. Departamento de Engenharia de Minas. Belo Horizonte, 1993.
- Bolfarine, H. e Bussab, W.O. Elementos de amostragem. Instituto de Matemática e Estatística da Universidade de São Paulo. Versão Preliminar. Julho, 2000.
- Eickmers, A. D. e Hollis, N. T. Statistics an introduction. New York: MacGraw - Hill Book Company, 1967, 585p.
- Goes, M. A. C.; Luz, A. B. e Possa, M. V. Amostragem. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. 4ª ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.19-54.
- Gy, P. Sampling for analytical purposes. John Wiley & Sons, West Sussex, England, 1998.
- Ladeira, A. C. Q. Teoria e prática de amostragem. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, abril, 1987 (Seminário).
- Luz, I. L. O; Oliveira, M. L. O.; Messias, C. F. Homogeneizador/quarteador de minérios: projeto e construção. In: Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Hidrometalurgia, 10, Belo Horizonte, 1984.
- Merks, J. W. Sampling and weighing of bulk solids. Trans Tech Publication, Karl Distributors, Rockport. USA, 1985.