

NUCLEBRAS - EBHO - PM - NT -- 05 / 82.

NOTA TÉCNICA EBHO.™ Nº 05

PROJETO LAGOA REAL  
DESCRIÇÃO E AVALIAÇÃO DO  
SISTEMA DE AMOSTRAGEM

Autor: Belônio Kenji Hashizume  
Outubro de 1982

NUCLEBRAS  
Centro de Documentação

**NUCLEBRÁS**  
EMPRESAS NUCLEARES BRASILEIRAS S.A.

**NUCLEBRÁS**  
**SUPERINTENDÊNCIA GERAL DE PROSPECÇÃO E PESQUISA MINERAL**  
**ESCRITÓRIO REGIONAL DE BELO HORIZONTE**

NOTA TÉCNICA EBHO.PM Nº 05

**PROJETO LAGOA REAL: DESCRIÇÃO E AVALIAÇÃO**  
**DO SISTEMA DE AMOSTRAGEM**

Belônio Kenji Hashizume  
Outubro de 1982

**NUCLEBRAS**  
**EMPRESAS NUCLEARES BRASILEIRAS S.A.**  
**SUPERINTENDÊNCIA GERAL DE PROSPECÇÃO E PESQUISA MINERAL**  
**ESCRITÓRIO REGIONAL DE BELO HORIZONTE**

**1. AUTOR(ES)**

BELÔNIO KENJI HASHIZUME

UNIDADE: EBHO.PM

**3. CLASSIFICAÇÃO QUANTO AO SIGILO**

CONFIDENCIAL

RESERVADO

OSTENSIVO

**2. TÍTULO E SUBTÍTULO**

PROJETO LAGOA REAL: DESCRIÇÃO E AVALIAÇÃO  
DO SISTEMA DE AMOSTRAGEM.

**4. TIPO DE RELATÓRIO**

- MENSAL
- TRIMESTRAL
- SEMESTRAL
- ANUAL
- FINAL
- VIAGEM
- ESTÁGIO
- FASE
- PESQUISA
- DESEMPENHO
- ESTUDO
- PRELIMINAR
- TÉCNICO ESPECÍFICO
- NOTA TÉCNICA
- SÍNTESE

Nº \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_

**5. DATA**

21 de Outubro de 1982

**6. DISTRIBUIÇÃO**

SUPPM - SUPED - SUEMI - EBHO.PM - CENDOC.PM  
BIBLIOTECA DO EBHO.PM.

**7. Nº DE COPIAS**

06

**8. Nº DE PÁGINAS OU VOL.**

28 páginas

**9. PALAVRA(S) CHAVE(S) - (SELECIONADA(S) PELO AUTOR)**

PROJETO LAGOA REAL - AMOSTRAGEM - ANÁLISES QUÍMICAS.

## ÍNDICE

### AGRADECIMENTO

### RESUMO

1. INTRODUÇÃO
  - 1.1. Objetivos
  - 1.2. Amostragem Segundo o Formalismo de Gy
2. METODOLOGIA EMPREGADA
  - 2.1. Análise Crítica dos Aparelhos e Métodos de Partilha
    - 2.1.1. Divisor Jones
    - 2.1.2. Quarteação por Cones
    - 2.1.3. Pazada Fracionada
3. GRANULOMETRIA DAS AMOSTRAS
4. ESTUDO PRELIMINAR DA REPRESENTATIVIDADE DA AMOSTRAGEM
  - 4.1. Análise de Variância
  - 4.2. Reprodutividade das Análises
  - 4.3. Amostras de Controle e Amostras a -100 mesh
5. CONCLUSÕES
6. RECOMENDAÇÕES
7. BIBLIOGRAFIA
8. ANEXOS

Relação de Análises das Amostras de Rotina, Duplicata e Repl<sub>i</sub>cata.

AGRADECIMENTOS

Agradece-se ao Chefe da Divisão de Pesquisa Dr. Luciano A.M. Moura, pelas sugestões e leitura crítica do manuscrito.

### RESUMO

Neste relatório preliminar, inicialmente, descreve-se o sistema de preparação de amostras de sondagem no Projeto Lagoa Real, implantado em Caetité-BA, desde 1981 e, em seguida, através do exame dos resultados das amostras coletadas em duplicatas e replicatas avalia-se o erro de amostragem + análise e precisão analítica.

Tentou-se desenvolver o estudo baseando no processo de partilha de Pierre Gy, com a utilização do Divisor Jones e/ou Pazada Fracionada.

A análise de variância indicou que a amostragem com a produção de amostras a 95% abaixo de 80 mesh é representativa, ao nível de 5% de significância, da metade do testemunho inicial.

O erro de amostragem + análise e precisão analítica (coeficiente de variação média) obtidos foram, respectivamente, 8,0% e 2,5%, valores estes aceitáveis pois o método de análise por Nêutrons Retardados admite uma precisão média (coeficiente de variação) de 5%.

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1. Objetivos

Neste relatório preliminar se propõe descrever e melhorar o sistema de preparação das amostras de sondagem do Projeto Lagoa Real visando a obtenção de frações representativas das metades dos testemunhos de sondagem; verificar esta representatividade e avaliar o erro de amostragem + análise através das amostras duplicatas; estudar a reprodutibilidade analítica dos resultados de laboratório através das amostras replicatas.

### 1.2. Amostragem Segundo o Formalismo de Gy

É dispensado citar a importância fundamental de qualquer amostragem quer sobre o aspecto técnico, econômico ou de controle de qualidade. A amostragem divide-se num certo número de andares: os de amostragem propriamente dita, os de fragmentação e os auxiliares (homogeneização, secagem, manuseio, etc.) e terminando pela estimação de um parâmetro de qualidade desconhecido que é o objetivo final de toda esta operação. Enfim, é uma operação complexa.

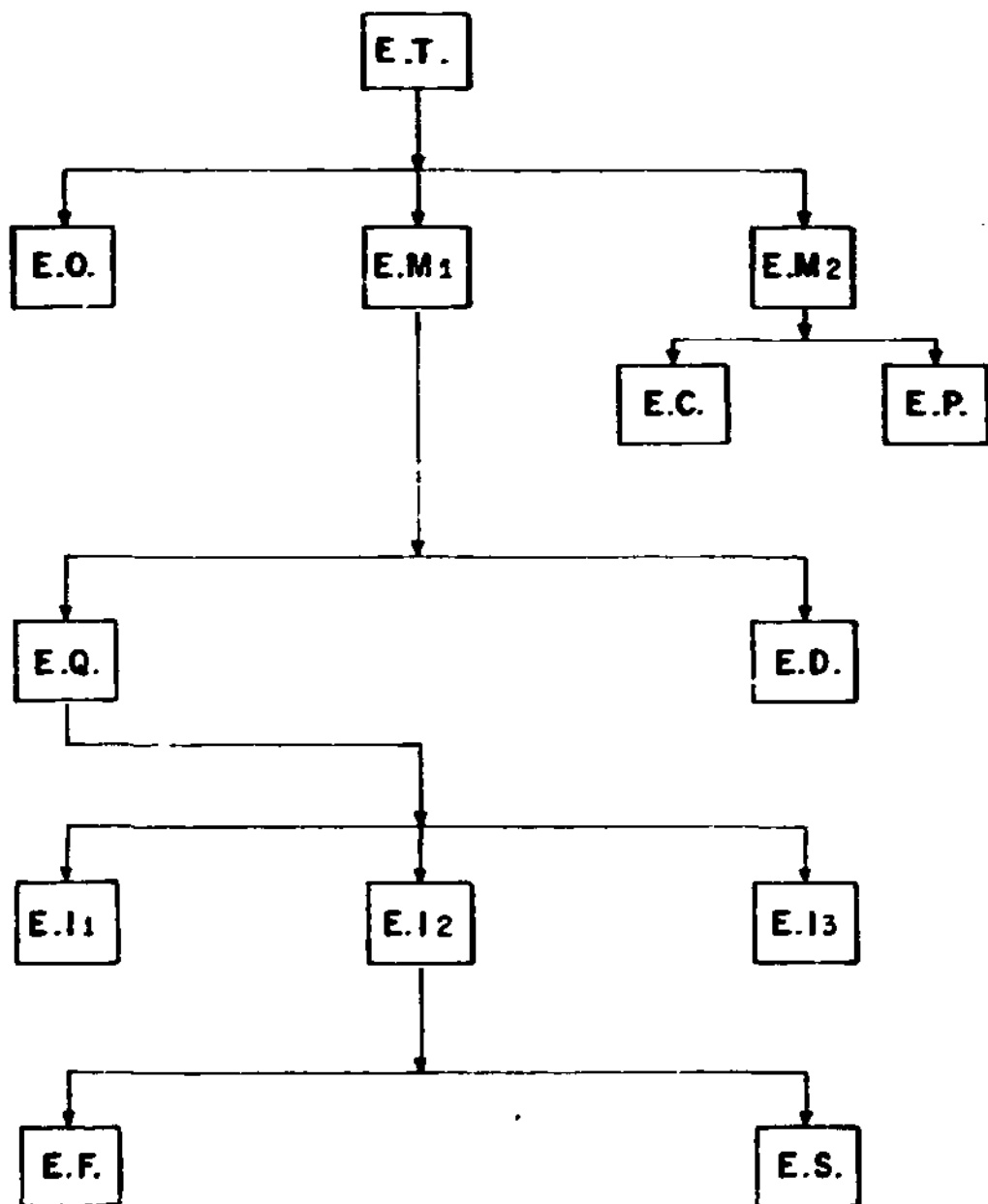
Salienta-se que, teoricamente, só os andares de amostragem propriamente ditos provocam erros de amostragem, mas, na prática, todos os andares sem exceção e todos os manuseios a que se submete o lote e suas amostras sucessivas podem introduzir erros, pois há sempre o risco de alteração do material a amostrar.

De forma esquemática os erros que integram o modelo geral de amostragem são os seguintes:

- ET - Erro total
- EO - Erros operatórios
- EM<sub>1</sub> - Erros do modelo
- EM<sub>2</sub> - Erros de materialização
- EC - Erro de "décupe"
- EP - Erro de toma
- EQ - Erro de flutuação de qualidade

### DECOMPOSIÇÃO DO ERRO TOTAL DE UMA AMOSTRAGEM

Figura - 01





- ED - Erro de flutuação de caudal ou erro de ponderação
- EI<sub>1</sub> - Erro de integração do termo regionalizado
- EI<sub>2</sub> - Erro de integração do termo local
- EI<sub>3</sub> - Erro de integração do termo periódico
- EF - Erro fundamental
- ES - Erro de segregação e agrupamento

Esquemáticamente o ET (erro total) tem a decomposição constante na Figura 01.

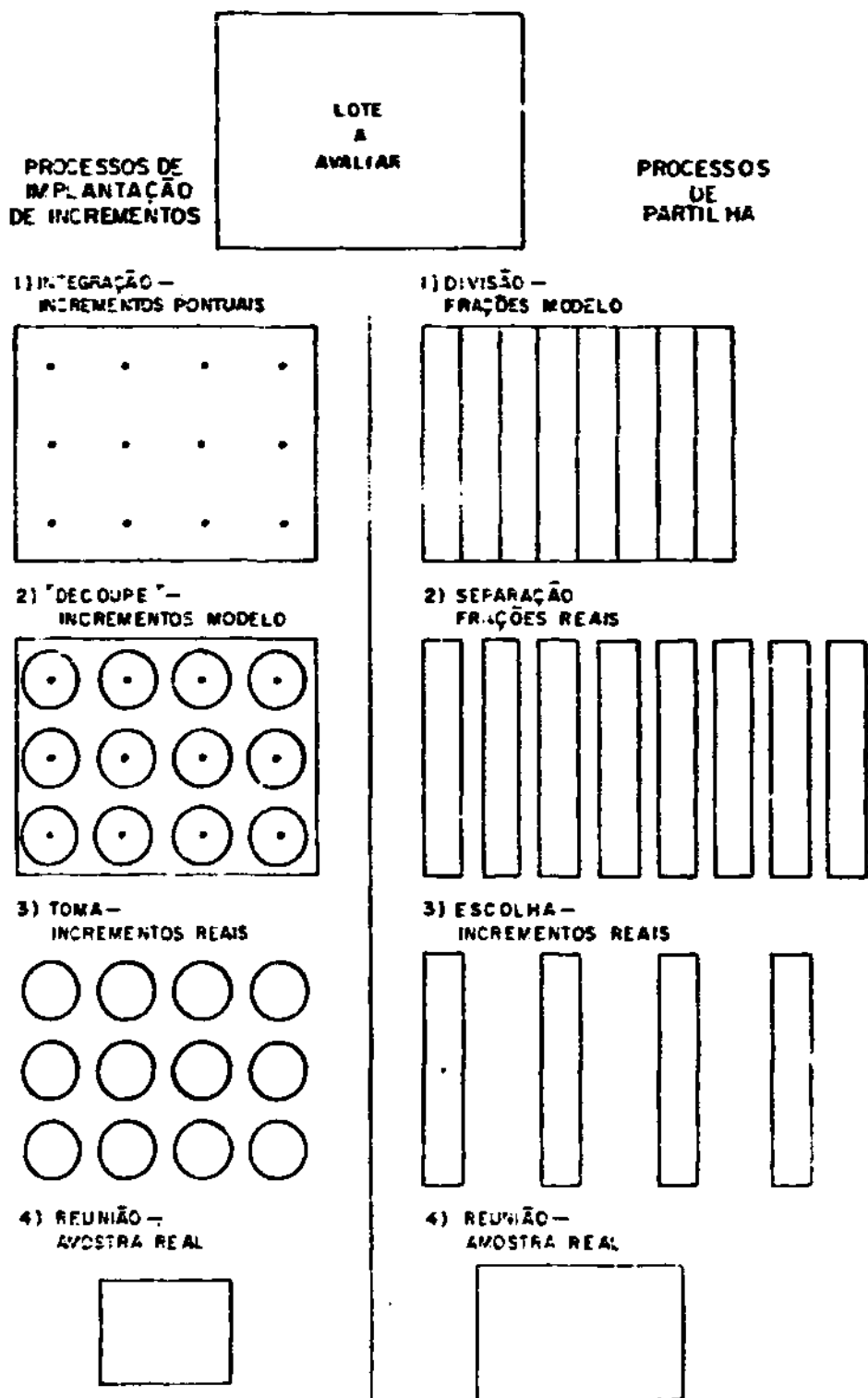
A amostragem propriamente dita é a operação no decurso da qual, sem alterar a sua estrutura, se extrai de uma certa massa de matéria, uma fração suposta representativa daquela. Ela pode ser analisada através dos dois processos fundamentais: o "processo de implantação de incrementos" (colheita) e o "processo de partilha" (divisão), aplicados a lotes não manipuladores e a lotes manipuláveis, respectivamente. Ambos estão esquematizados na Figura 02.

A amostragem de um material rigorosamente homogêneo é uma operação exata; os erros da amostragem são devidos à heterogeneidade da matéria e a sua multiplicidade está relacionada com a multiplicidade de formas de que a heterogeneidade se pode revestir.

Para a resolução prática dos problemas de amostragem é necessário saber como se distribuem os erros existentes e quais as precauções a tomar para que a amostragem seja justa, quais os valores a atribuir aos parâmetros de funcionamento para que a amostragem seja fiel, ou seja, quais as faltas a não cometer para a obtenção de uma amostra representativa. Em face disto, haverá problemas solúveis e problemas insolúveis; diz-se que um problema de amostragem é solúvel, quando é possível definir um modo operacional de coleta da amostra e atribuir-lhe uma certa representatividade. Na teoria de amostragem de Gy, (Sampling of Particulate Materials, nº4 da Coleção Developments in Geomathematics, da Elsevier-Amsterdam, The Netherlands, 1979), esse conceito de representatividade está bem definido matematicamente para os materiais a granel. Infelizmente, não se pode fazer igual afirmação para a amostragem de jazidas "in situ", embora haja esperança de evolução rápida do conhecimento também nesta área (Pierre Gy, Quintino Rogado e outros investigadores estão atualmente debruçados sobre esta matéria).

# ESQUEMATIZAÇÃO DOS DOIS PROCESSOS DE AMOSTRAGEM (Segundo P.GY)

Figura - 02



## 2. METODOLOGIA EMPREGADA

Na tentativa de esquematizar uma metodologia de preparação das amostras de sondagem do Projeto Lagoa Real, segundo o formalismo de Pierre Gy, mas sem a pretensão de um envolvimento completo com a análise exaustiva do tema em todas as etapas da sua teoria de amostragem, iniciou-se, baseando no seu processo de partilha com uso do Divisor Jones combinando com a divisão por Pazada Degenerada Fracionada.

Como pode ser visto na Figura 02, o processo de partilha é composto pelas seguintes operações elementares: divisão, separação, escolha e reunião. A escolha é que constitui a amostragem propriamente dita.

Utilizando-se os equipamentos e materiais disponíveis, montou-se o esquema de preparação das amostras de sondagem ilustrado na Figura 03.

As passagens radioativas, definidas por intermédio do perfil radiométrico (raios gama) do furo de sondagem e pela radioatividade medida através de um cintilômetro (SRAT-SPP2) no próprio testemunho, são totalmente amostradas com suporte de 25 cm e delimitadas com a coleta de mais 2 amostras de 50 cm, em cada extremidade.

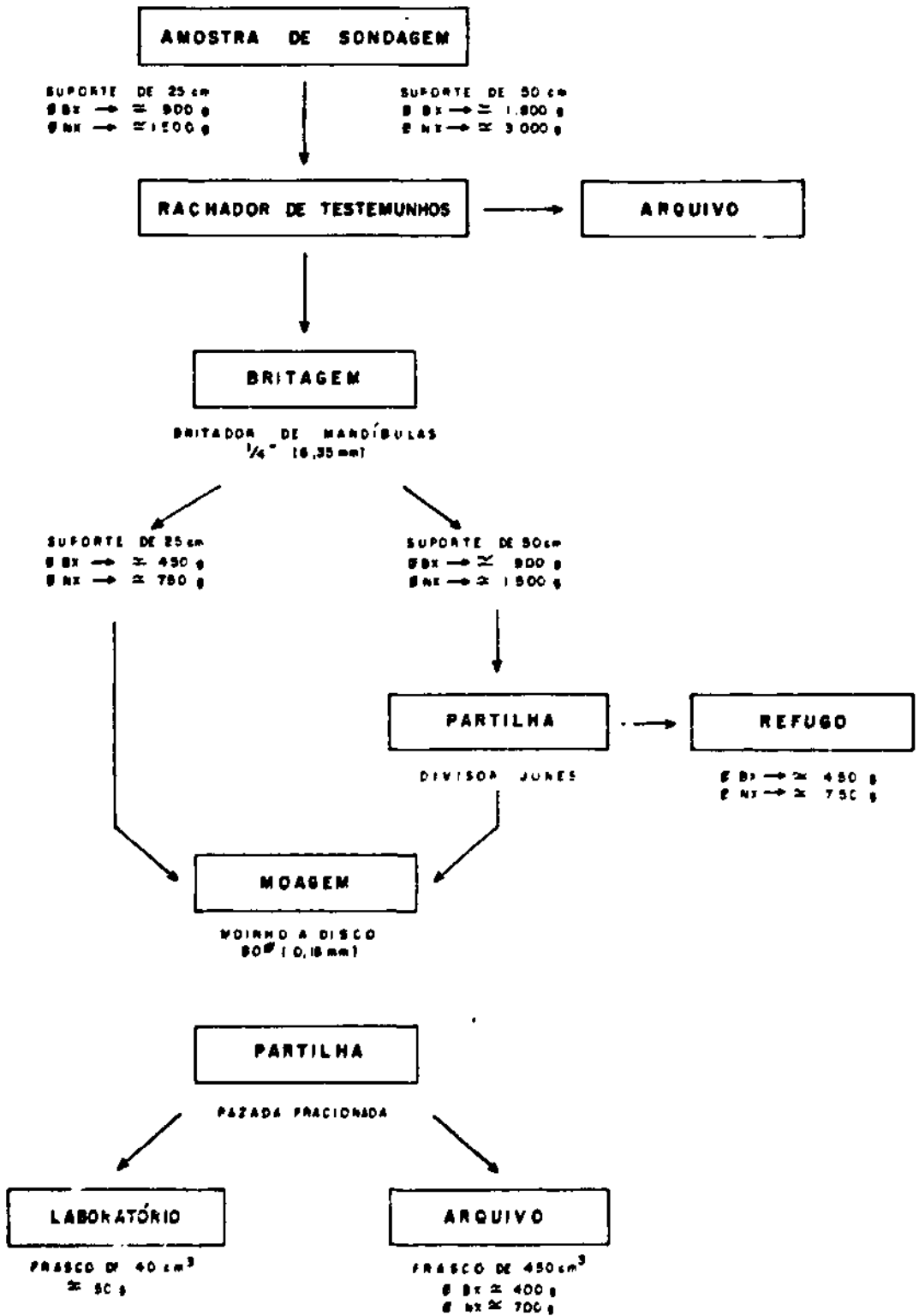
Com o rachador de testemunhos, cada amostra é partida longitudinalmente ao meio. Uma parte é arquivada na própria caixa de testemunhos, enquanto que a outra é britada totalmente a 1/4".

Somente, no caso em que a amostra for proveniente de um suporte de 50 cm, ela sofre uma partilha com o Divisor Jones, refugando-se metade da amostra britada.

Em seguida, a amostra britada a 1/4" é integralmente pulverizada a 80 mesh com o moinho a disco.

ESQUEMA DE PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS DE SONDAGEM NO PROJETO LAGOA REAL

Figure - 03



Na amostra pulverizada, procede-se a partilha, através do método da Pazada Fracionada Degenerada, recolhendo-se = 50g num frasco plástico de 40 cm<sup>3</sup> para constituir a fração representativa da metade do testemunho inicial.

O restante da amostra pulverizada é arquivado num frasco plástico de 450 cm<sup>3</sup>.

As características dos principais equipamentos utilizados são:

- Rachador de testemunhos, lâmina de 15 cm
- Britador de mandíbula, abertura de 75 mm x 60 mm, produto 8 a 2 mm.
- Moinho a disco, tamanho máximo para alimentação 20 mm, produto 5 a 0,15 mm.
- Divisor Jones, abertura = 5/8" (15,88 mm), 20 canais
- Compressor, calibrado em 150 lbf/pol<sup>2</sup>.

Deve-se esclarecer que a preparação de amostras está se processando em dependências provisórias e precárias prevendo as futuras instalações definitivas no terreno da NUCLEBRÁS, em Caetité.

## 2.1. Análise Crítica dos Aparelhos e Métodos de Partilha

Para minimizar o erro de amostragem faz-se necessário uma apreciação nos critérios de partilha para que ela seja representativa.

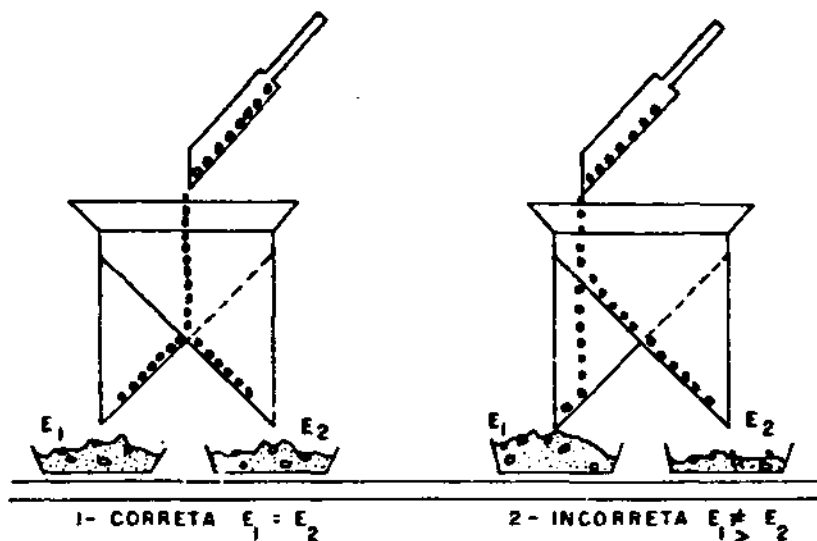
### 2.1.1. Divisor Jones

É o amostrador mais utilizado nos laboratórios para lotes de sólidos de peso até cerca de uma centena de quilos constituídos por fragmentos com  $\phi \leq 30$  mm (Figura 04).

Indicam-se, a seguir, as recomendações necessárias para garantir a correção da divisão e da separação:

DIVISOR JONES

Figura - 04



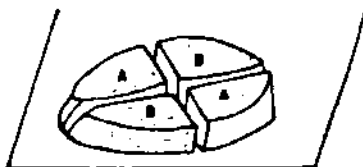
QUARTEAÇÃO POR CONES

Figura - 05

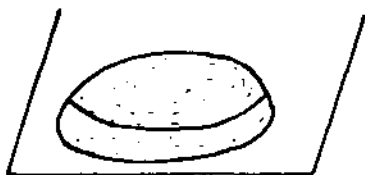
1) FORMAÇÃO DO CONE: "HOMOGENIZAÇÃO"



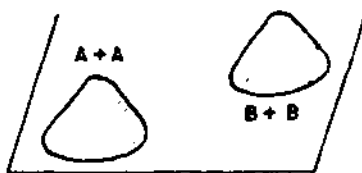
3) DIVISÃO EM SETORES



2) FORMAÇÃO DO TRONCO DE CONE



4) ESCOLHA DOS QUARTOS OPOSTOS (A,A) E REJEIÇÃO DE (B,B)



1) O operador deverá despejar a pã no centro das ranhuras, onde estas têm a mesma profundidade.

2) O operador deverá despejar a pã num movimento lento e contínuo para evitar o risco de obstrução dos canais e de emissão de poeiras.

3) A largura das ranhuras deverá ser  $\geq 2\phi + 5\text{mm}$ , sendo  $\phi$  o maior calibre das partículas do lote, para impedir a obstrução dos canais e permitir a sua limpeza cuidadosa.

4) Convém que o material do amostrador seja de aço inoxidável. Os canais devem ter forte inclinação ( $\geq 45^\circ$ ) e devem evitar-se os ângulos vivos.

5) O número de canais deve ser obrigatoriamente par e todos devem ter a mesma largura, de modo que a probabilidade de um fragmento se encontrar numa das duas frações seja igual a 0,5.

6) A experiência mostra que, qualquer que seja o erro sistemático cometido em cada andar, quando se procede a uma divisão em cascata, uma amostra obtida através dum número igual de incrementos à esquerda e à direita do divisor tem elevada probabilidade de ser justa.

#### 2.1.2. Quarteação por Cones

A correção de separação é difícil. A equitabilidade só é assegurada quando os dois setores circulares opostos, retidos como amostra, sejam escolhidos ao acaso, após a separação ter sido efetuada (Figura 05).

Pode concluir-se que a quarteação, ainda muito usada, é inutilmente complicada e cara pelo número considerável de operadores que exige.

Em numerosos casos, é aconselhável a sua substituição pelo método da pazada.

### 2.1.3. Pazada Fracionada

A Pazada Fracionada (Figura 06) de ordem  $p$  é uma generalização da pazada alternada, a qual consiste em retomar um lote de material com uma pá e colocar a primeira pazada em  $E_1$ , a segunda em  $E_2$ , a terceira em  $E_1$  e assim sucessivamente. Obtêm-se duas frações gêmeas  $E_1$  e  $E_2$ .

A divisão é correta se a taxa de enchimento da pá for sensivelmente constante.

A separação é correta se o operador proceder "cegamente" seguindo regularmente o contorno do lote até ao esgotamento.

A partilha é equitativa desde que corresponda efetivamente a uma separação em  $p$  amostras potenciais gêmeas e que a escolha da amostra real seja feita ao acaso dentre aquelas.

Para que o erro dessa partilha seja reduzida a valores aceitáveis e compatíveis com a economia do processo, admite-se que cada fração gêmea seja constituída por 50 pazadas.

### 3. GRANULOMETRIA DAS AMOSTRAS

A especificação quanto à granulometria das amostras sólidas para análises de teores, 100% a - 100 mesh, relatado no Manual Técnico é impossível de se conseguir com os equipamentos existentes em Caetité sem reduzir drasticamente a produção de amostras.

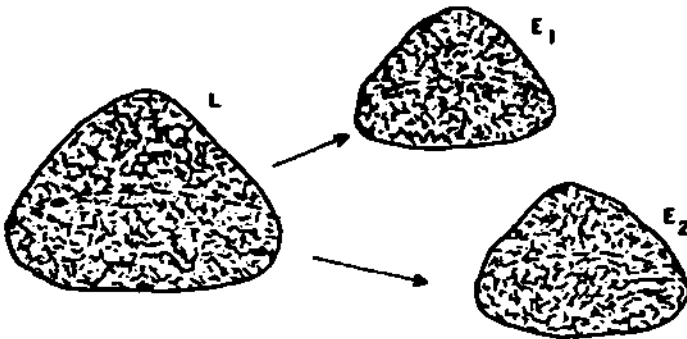
Logo após ao início da preparação de amostras em Caetité, em novembro de 1981, foi verificada a sua granulometria e, em fevereiro de 1982, quando da preparação na Geosol, os valores obtidos foram:



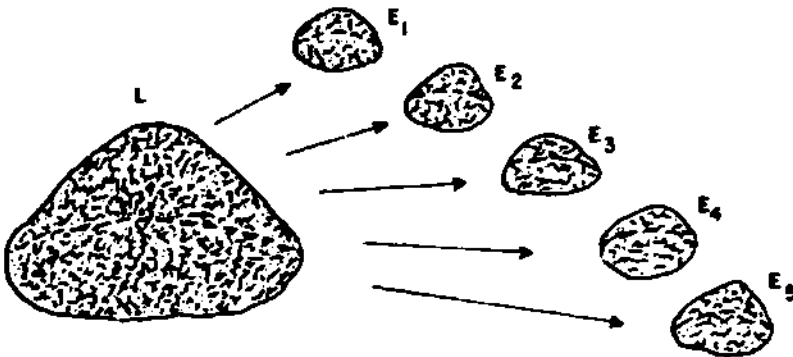
TIPOS DE "PAZADAS" FRACIONADAS

Figura - 06

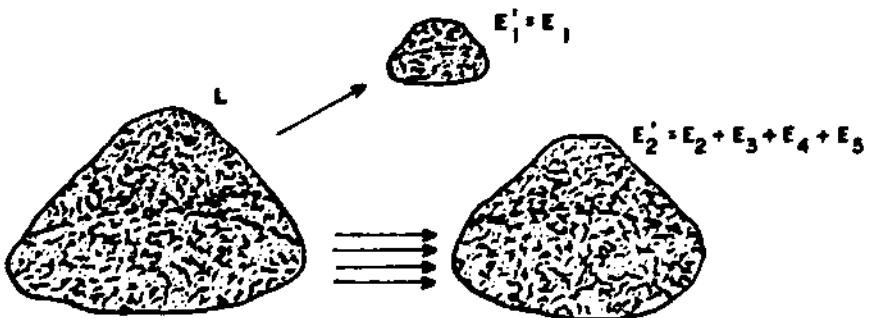
PAZADA ALTERNADA



PAZADA FRACIONADA DE ORDEN 5 (p = 5)



PAZADA FRACIONADA DEGENERADA DE ORDEN 5



| LOCAL   | UNDERSIZE (%) |           |          |           | TEMPO DE PENEIRAMENTO (min) |
|---------|---------------|-----------|----------|-----------|-----------------------------|
|         | 80 mesh       |           | 100 mesh |           |                             |
|         | MÉDIA         | DESV.PAD. | MÉDIA    | DESV.PAD. |                             |
| CAETITÉ | 96            | 2         | 85       | 9         | 5                           |
| GEOSOL  | 98            | 3         | 95       | 6         | 10                          |

Tomado por base, a granulometria média constatada nestas duas verificações, foi realizado um estudo preliminar comparando os valores de análises das amostras de rotina, duplicata e replicata, pulverizadas em condições rotineiras, isto é, 95% abaixo de 80 mesh. Os resultados obtidos estão relados no item 4 deste trabalho.

Atualmente, está sendo preparado os dados para um estudo mais detalhado a respeito da representatibilidade da amostragem com a granulometria.

Com a lupa binocular, foi estimada a percentagem dos minerais presentes nas várias frações da análise granulométrica. Os valores obtidos em 3 amostras foram:

| MINERAL      | FRAÇÃO RETIDA (%) |                 |                 |                  |       | MÉDIA PONDERADA (%) |
|--------------|-------------------|-----------------|-----------------|------------------|-------|---------------------|
|              | 50 <sup>#</sup>   | 60 <sup>#</sup> | 80 <sup>#</sup> | 100 <sup>#</sup> | FUNDO |                     |
| PIROXÊNIO    | 9                 | 9               | 7               | 7                | 7     | 7                   |
| GRANADA      | 3                 | 2               | 4               | 4                | 4     | 4                   |
| MAGNETITA    | 4                 | 4               | 3               | 2                | 1     | 1                   |
| PLAGIOCLÁSIO | 84                | 85              | 86              | 87               | 88    | 88                  |

HAT - 775

|         | MINERAL      | FRAÇÃO RETIDA (%) |     |     |      |       | MÉDIA<br>PONDERADA<br>(%) |
|---------|--------------|-------------------|-----|-----|------|-------|---------------------------|
|         |              | 50*               | 60* | 80* | 100* | FUNDO |                           |
| HAT-855 | PIROXÊNIO    | 3                 | 1   | 1   | 1    | 2     | 2                         |
|         | GRANADA      | <1                | <1  | -   | <1   | <1    | <1                        |
|         | MAGNETITA    | 2                 | 2   | 2   | 2    | 7     | 6                         |
|         | PLAGIOCLÁSIO | 95                | 97  | 97  | 97   | 91    | 92                        |

|         | MINERAL      | FRAÇÃO RETIDA (%) |     |     |      |       | MÉDIA<br>PONDERADA<br>(%) |
|---------|--------------|-------------------|-----|-----|------|-------|---------------------------|
|         |              | 50*               | 60* | 80* | 100* | FUNDO |                           |
| HAT-089 | PIROXÊNIO    | 3                 | 2   | 2   | 3    | 5     | 5                         |
|         | GRANADA      | -                 | -   | <1  | <1   | -     | <1                        |
|         | MAGNETITA    | 2                 | 2   | 2   | 2    | 2     | 2                         |
|         | PLAGIOCLÁSIO | 95                | 96  | 96  | 95   | 93    | 93                        |

Mesmo com este número limitado de amostras observadas, nota-se a tendência de ser a distribuição dos minerais praticamente homogênea nas várias frações granulométricas observadas.

#### 4. ESTUDO PRELIMINAR DA REPRESENTATIVIDADE DA AMOSTRAGEM

No sistema de preparação de amostras esquemático, existe, pelo menos, dois pontos em que se deve testar a representatividade da amostragem: na partilha como o Divisor Jones e na partilha por Pazada Fracionada.

A menos dos erros decorrentes do manuseio do lote a amostrar, nestes dois pontos se tem a introdução dos erros inerentes ao processo de partilha, logo, se deve verificá-los.

Para esse estudo, coletou-se 120 amostras com  $\approx 50g$  cada (rotina, duplicata e replicata) oriundas de 40 lotes de amostras de 50 cm de suporte (vide Figura 07). Essas amostras foram analisadas rotineiramente no CDTN e os seus resultados estão dispostos no Anexo 01.

Os 12 lotes que apresentaram teores  $< 100$  ppm de  $U_3O_8$  não foram considerados neste estudo.

Em todo esse trabalho, o  $U_3O_8$  foi dosado por Nêutrons Retardados e  $Na_2O$ ,  $Fe_2O_3$  e  $CaO$ , por Espectrometria por Fluorescência de Raios X.

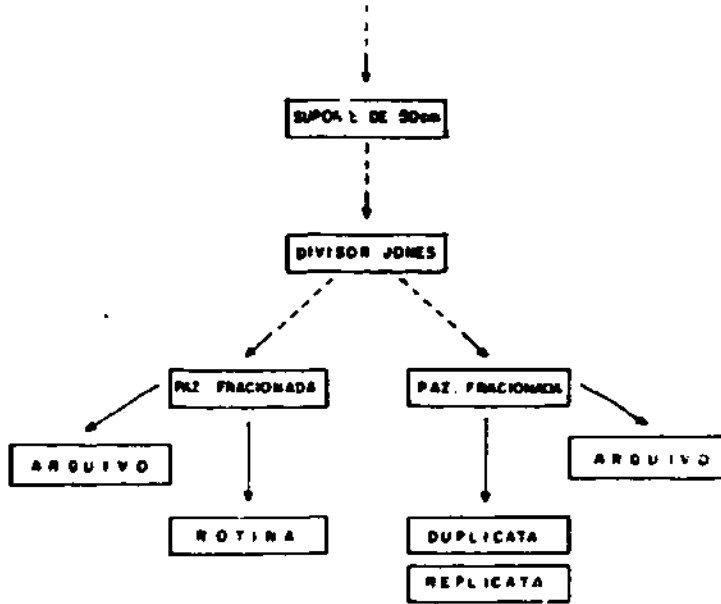
Comparando os resultados de análises das duplicatas ou replicatas com os de rotina, tem-se o "erro de amostragem + análise". Relacionando os resultados de análises das replicatas com os das duplicatas, tem-se a "precisão analítica" (admitindo que seja desprezível o erro de amostragem). Observa-se que está se raciocinando simplistamente pois no item 1.2. foi citado a complexidade de uma amostragem.

##### 4.1. Análise de Variância

A utilização da análise de variância no caso de controle da amostragem e análise química permite verificar se existe ou não variabilidade entre as populações rotina, duplicata ou replicata, através da comparação das variâncias destas populações.

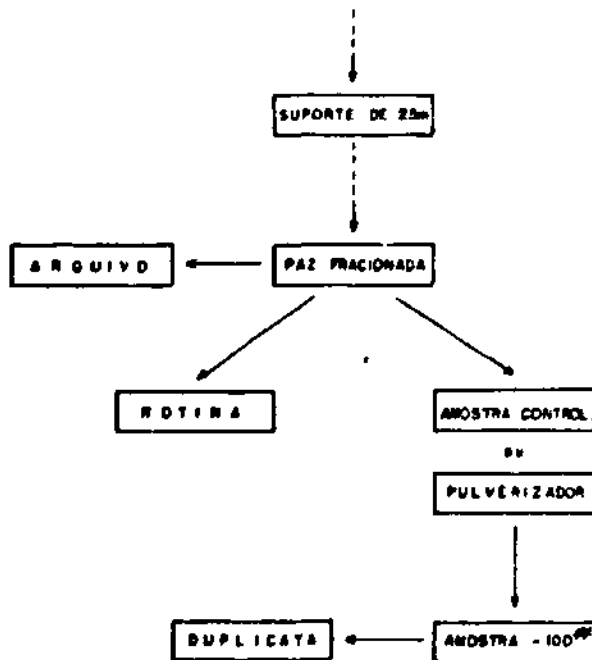
ESQUEMATIZAÇÃO DA COLETA DE AMOSTRAS DUPLICATAS E REPLICATAS

Figura - 07



ESQUEMATIZAÇÃO DA COLETA DE AMOSTRAS DE CONTROLE DE -100<sup>µ</sup>

Figura - 08



Garrett (1969) considera o fator F como sendo a relação de

$$s_D^2 \text{ por } s_{SA}^2 : F = \frac{s_D^2}{s_{SA}^2}$$

onde

$$s_{SA}^2 = \frac{1}{2n} \sum_{i=1}^n (X_{1i} - X_{2i})^2 \quad (1)$$

→ variância combinada da amostragem e análise

$X_{1i}$  → logaritmo do valor da amostra de rotina

$X_{2i}$  → logaritmo do valor da amostra duplicata

n → número de duplicatas

$$s_D^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_{2i} - \bar{X}_2)^2 \quad (2)$$

→ variância das amostras duplicatas

$\bar{X}_2$  → média dos logaritmos dos valores das amostras duplicatas.

O fator F calculado (para 28 duplicatas) deve exceder a 1,89 (Garret, 1973) para que as populações de rotina e duplicata sejam homogêneas, isto é, os erros de amostragem somados aos erros analíticos serão menores que a variação aceitável dos dados, ao nível de 5% de significância.

Os valores obtidos estão dispostos na Tabela 01.

Constata-se que todos os valores de F calculados são muito maiores que 1,89, logo os resultados das amostras de rotina, duplicata e replicata são representativos de uma mesma população.

O valor de F calculado para REP/DUP é o maior para cada óxido, pois essas amostras provêm de uma mesma fração do Divisor Jones.

Os valores de F calculados para DUP/ROT e REP/ROT são suficientemente próximos entre si para  $U_3O_8$ ,  $Fe_2O_3$  e CaO, em relação ao de REP/DUP, pois amostras ROT originam da outra fração do Divisor Jones. O  $Fe_2O_3$  foi que apresentou os menores valores de F, entre 7,1 e 10,7.

TABELA 01

RESULTADOS DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA AS AMOSTRAS DE  
ROTINA, DUPLICATA E REPLICATA

|                                | POPULAÇÃO | MÉDIA<br>$\bar{X}$ | VARIÂNCIA<br>$S^2$ | VARIÂNCIA COMBINADA<br>( $10^3 S_{SA}^2$ ) |        | FATOR F = $S_D^2 / S_{SA}^2$ |         |
|--------------------------------|-----------|--------------------|--------------------|--|--------|------------------------------|---------|
|                                |           |                    |                    | DUP  | REP    | DUP                          | REP     |
| U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>  | ROT       | 2,5639             | 0,1206             | 0,7245                                     | 0,6684 | 165,8                        | 179,7   |
|                                | DUP       | 2,5695             | 0,1201             | -  | 0,1065 | -                            | 1.127,5 |
|                                | REP       | 2,5706             | 0,1201             | -  | -      | -                            | -       |
| Na <sub>2</sub> O              | ROT       | 1,0444             | 0,0018             | 0,1155                                     | 0,0690 | 13,9                         | 27,5    |
|                                | DUP       | 1,0469             | 0,0016             | -  | 0,0643 | -                            | 29,5    |
|                                | REP       | 1,0437             | 0,0019             | -  | -      | -                            | -       |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | ROT       | 0,6972             | 0,0087             | 1,0266                                     | 1,0884 | 7,1                          | 8,5     |
|                                | DUP       | 0,6974             | 0,0073             | -  | 0,8671 | -                            | 10,7    |
|                                | REP       | 0,6867             | 0,0093             | -  | -      | -                            | -       |
| CaO                            | ROT       | 0,5495             | 0,1268             | 0,3110                                     | 0,5477 | 392,0                        | 218,0   |
|                                | DUP       | 0,5597             | 0,1219             | -  | 0,2520 | -                            | 473,8   |
|                                | REP       | 0,5581             | 0,1194             | -  | -      | -                            | -       |

#### 4.2. Reprodutividade das Análises

Recorrendo à expressão de Garrett sobre a precisão analítica ou ao estudo do coeficiente de variação média da variável "u", pode-se medir a reprodutividade das análises e, a grosso modo, quantificar o erro de amostragem + análise e o erro analítico.

Novamente ressalta-se que dentro da linha de raciocínio simplista implantado neste estudo preliminar, o erro quantificado entre os resultados das amostras DUP/ROT ou REP/ROT será semelhante ao erro de amostragem + análise e, o detectado entre REP/DUP será semelhante ao erro analítico.

Segundo Garrett (1969), a precisão, ao nível de 5% de significância, é dado pela equação:

$$\text{PRECISÃO} = \frac{1,98 \cdot s_A}{\bar{X}} \cdot 100\% \quad (3)$$

onde,

$s_A^2$  → variância analítica calculada usando a equação (1)

$\bar{X}$  → média dos logaritmos dos valores das duplicatas

No estudo do coeficiente de variação média a variável "u" será definida, conforme o caso, como sendo a relação entre os resultados das análises das amostras DUP/ROT, REP/ROT ou REP/DUP.

Os valores obtidos estão dispostos na Tabela 02.

Dentro das expectativas, verifica-se que o comportamento da tendência da precisão, para cada substância, segue a do coeficiente de variação média.

Em relação aos valores de  $U_{0,05}$ , o erro de amostragem + análise e o erro de análise foram quantificados como sendo de aproximadamente 2,0% e 0,8%, respectivamente e, os valores de DUP/ROT ou REP/ROT apre



sentaram um coeficiente de variação média de aproximadamente 8,0% .  
 O Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi o que apresentou um maior erro, aproximadamente, 9,3% e  
 um coeficiente de variação média de 10,4%.

TABELA 02

VALORES DE PRECISÃO E COEFICIENTE DE VARIAÇÃO  
 MÉDIA PARA AS VARIÁVEIS DUP/ROT, REP/ROT E REP/DUP

|                                |         | PRECISÃO 29 GARRETT                   |                          |                 | COEFICIENTE DE VARIAÇÃO MÉDIA |                      |        |                                    |
|--------------------------------|---------|---------------------------------------|--------------------------|-----------------|-------------------------------|----------------------|--------|------------------------------------|
|                                |         | MÉDIA<br>"DUP"<br>$\frac{\bar{x}}{X}$ | VAR. COMB.<br>$10^3 s^2$ | PRECISÃO<br>(%) | $\bar{u}$                     | $\bar{u} - 1$<br>(%) | $s_u$  | $C_u = \frac{s_u}{\bar{u}}$<br>(%) |
| U <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  | DUP/ROT | 2,5695                                | 0,7245                   | 2,1             | 1,0165                        | + 1,7                | 0,0830 | 8,2                                |
|                                | REP/ROT | 2,5706                                | 0,6684                   | 2,0             | 1,0190                        | + 1,9                | 0,0800 | 7,9                                |
|                                | REP/DUP | 2,5706                                | 0,1065                   | 0,8             | 1,0032                        | + 0,3                | 0,0340 | 3,4                                |
| Na <sub>2</sub> O              | DUP/ROT | 1,0469                                | 0,1155                   | 2,0             | 1,0063                        | + 0,6                | 0,0350 | 3,5                                |
|                                | REP/ROT | 1,0437                                | 0,0690                   | 1,6             | 0,9986                        | - 0,1                | 0,0274 | 2,7                                |
|                                | REP/DUP | 1,0437                                | 0,0643                   | 1,5             | 0,9929                        | - 0,7                | 0,0251 | 2,5                                |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | DUP/ROT | 0,6974                                | 1,0266                   | 9,1             | 1,0059                        | + 0,6                | 0,1039 | 10,3                               |
|                                | REP/ROT | 0,6867                                | 1,0884                   | 9,5             | 0,9814                        | - 1,9                | 0,1018 | 10,4                               |
|                                | REP/DUP | 0,6867                                | 0,8671                   | 8,5             | 0,9798                        | - 2,0                | 0,0920 | 9,4                                |
| CaO                            | DUP/ROT | 0,5597                                | 0,3110                   | 6,2             | 1,0252                        | + 2,5                | 0,0539 | 5,3                                |
|                                | REP/ROT | 0,5581                                | 0,5477                   | 8,3             | 1,0226                        | + 2,3                | 0,0769 | 7,5                                |
|                                | REP/DUP | 0,5581                                | 0,2520                   | 5,6             | 0,9975                        | - 0,2                | 0,0525 | 5,3                                |

OBSERVAÇÃO:

- $\bar{u}$  → valor médio de u
- $\bar{u} - 1$  → tendenciosidade média
- $s_u$  → desvio padrão amostral
- $C_u$  → coeficiente de variação média

#### 4.3. Amostras de Controle e Amostras a -100 mesh

Com os resultados das amostras de controle de análises e de amostras pulverizadas a -100 mesh, foram feitos os mesmos cálculos realizados nos itens 4.1. e 4.2.

As amostras de controle de análises são provenientes daquelas com suporte de 25 cm (geralmente minério de médio ou alto teor) e coletadas em duplicata, como indica a Figura 08. Utilizou-se resultados de 82 amostras de controle de análises.

As amostras pulverizadas a -100 mesh fazem parte do lote de amostras analisadas para o estudo de desequilíbrio do urânio. Foram aproveitados 315 resultados dessas amostras e de 37 em duplicatas. Elas foram coletadas segundo o esquema da Figura 08 e, como é de se esperar, distribuem-se lognormalmente (Figura 09).

A Figura 10, mostra a distribuição da variável "u" que é a relação dos valores de  $U_3O_8$ , determinados nas amostras a -100 mesh e rotina,  $u = -100 \text{ mesh}/\text{ROT}$ . Pode-se considerar como tendo uma distribuição normal.

Os resultados obtidos estão dispostos na Tabela 03.

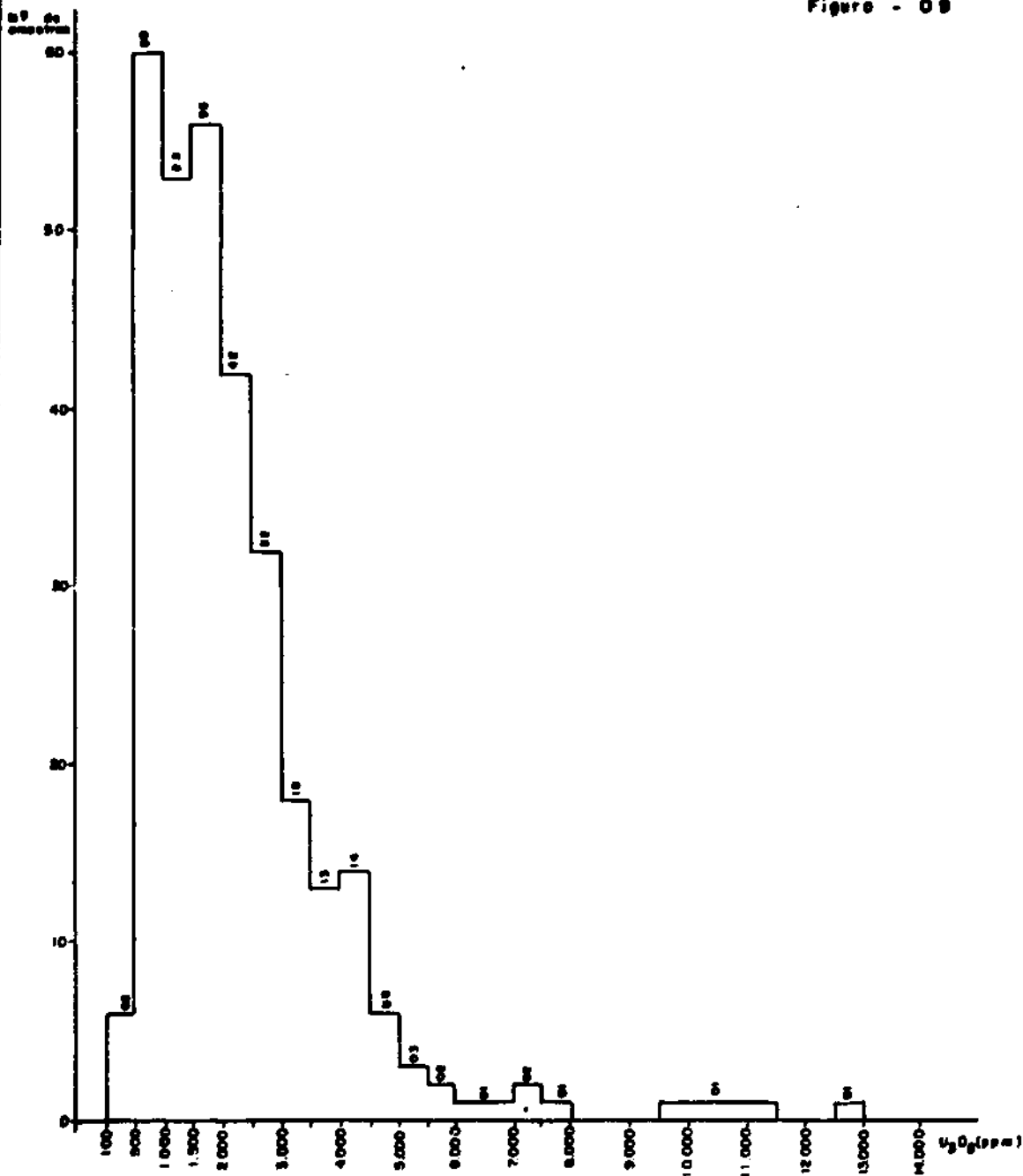
Como no item 4.1., todos os valores de F calculados são maiores que os respectivos F críticos, indicando a homogeneidade das populações interrelacionadas, ao nível de 5% de significância. Do mesmo modo que no item 4.2., verifica-se também o comportamento similar da precisão, para cada substância, com a do coeficiente de variação média.

Dentro de um raciocínio simplista, o erro quantificado entre os resultados das amostras -100 mesh/ROT (80 mesh) será semelhante ao erro de "granulometria" para as condições rotineiras de amostragem, valor este de 2,7% com uma tendência de variação relativa de -0,7% e coeficiente de variação média de 5,3%.

Os valores quantificados para representar o erro analítico através das amostras em duplicata a 80 mesh (CONT/ROT) e a -100 mesh

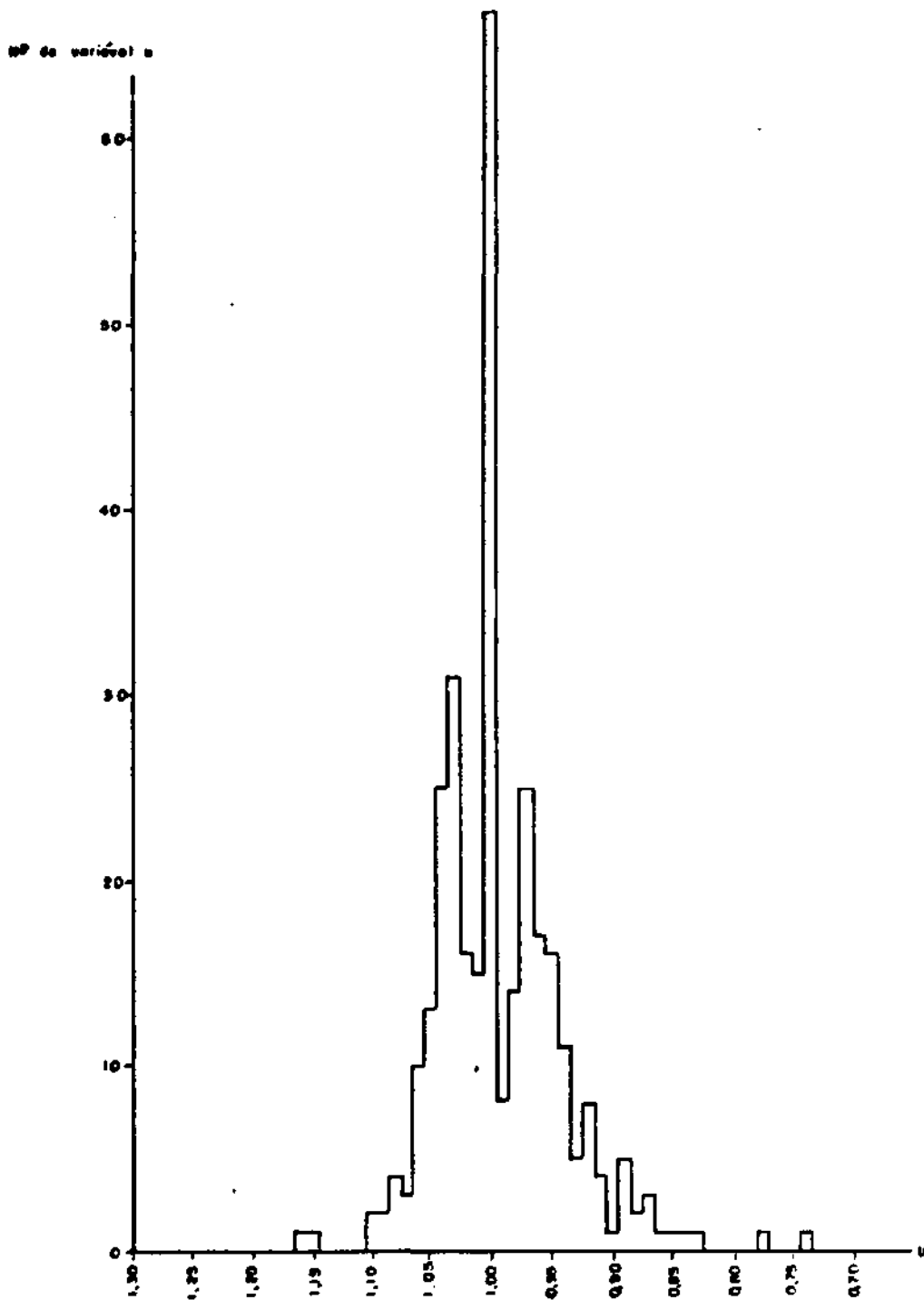
HISTOGRAMA DAS 315 AMOSTRAS PULVERIZADAS A -100mesh

Figura - 09



HISTOGRAMA DA VARIÁVEL  $\mu = \frac{-100 \mu^2}{ROT}$   
(Para 315 pares de valores de  $U_3O_8$ )

Figura - 10





(DUP/-100<sup>#</sup>) são de 0,9% e 0,4%, respectivamente, bastante próximos do valor de 0,8% quantificado no item 4.2.

O Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que apresentou o maior erro, igual a 5,3%, e coeficiente de variação média de 8,5%.

## 5. CONCLUSÕES

Em condições rotineiras e normais, as amostras de sondagem preparadas no Projeto Lagoa Real possuem uma granulometria média de 95% abaixo de 80 mesh.

A análise de variância indica que as frações de cerca de 50g a 80 mesh, encaminhadas aos laboratórios para análises de rotina, são representativas da metade do testemunho inicial ao nível de 5% de significância, isto é, as amostras denominadas de ROTINA, DUPLICATA, REPLICATA e -100 MESH são homogêneas entre si e representativas de uma mesma população.

Para U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, os valores preliminares determinados segundo a expressão (3) de Garrett para o erro de amostragem + análise e precisão analítica são, respectivamente, 2,0% e 0,5% e um coeficiente de variação média de 8,0% e 2,5% para a variável "u". São valores aceitáveis pois o laboratório admite, para o método de Nêutrons Retardados, uma precisão média (coeficiente de variação) para essas análises rotineiras de 5%.

O valor do erro de "granulometria", coeficiente de variação média, quantificado a partir dos resultados de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, introduzido, ao pulverizar as amostras a 95% abaixo de 80 mesh em vez de -100 mesh, é próximo a 5,3%; valor este também aceitável, pois se deve lembrar dos 5% de precisão média do método de análise.

## 6. RECOMENDAÇÕES

Recomenda-se, "a priori" uma granulometria média de 95% abaixo de 80 mesh para a preparação rotineira das amostras de sondagem de Lagoa Real, embora esteja em estudo no EBHO.PM a representatividade da amostragem em função de granulometria.

Controlar, com verificações rotineiras, a granulometria final das amostras sem o requinte de se traçar cartas de controle de qualidade da média e variância, pois isto requer equipamentos, materiais e pessoal técnico especializado, além de ser oneroso e incompatível com a infra-estrutura atualmente disponível para amostragem.

Ressalta-se a importância de se proceder previamente uma homogeneização das amostras antes das partilhas com o Divisor Jones e/ou com a Pazada Fracionada.

Instruir os amostradores de minério para efetuarem criteriosamente as regulagens e limpeza dos equipamentos, utensílios e materiais de amostragem.

Proceder a partilha e a rejeição de 50%, com o Divisor Jones, das amostras com suporte de 50 cm apenas quando forem estéreis ou minérios de baixo teor.

Na Pazada Fracionada, retomar a amostra com a pá em vários pontos da pilha.

7. BIBLIOGRAFIA

GARRETT, R.G. - 1969, The Determination of Sampling and Analytical Errors in Exploration Geochemistry. Economic Geology, vol. 64, 568-569 p.

\_\_\_\_\_ - 1973, The Determination of Sampling and Analytical Errors in Exploration on Geochemistry - A Reply. Economic Geology, vol. 68, 282-283 p.

GOMIDE, P.T.; PINTO, J.M.A.; DI LORENZO, R.F. - 1981, Relatório de Visita à Área do Projeto Lagoa Real - Sugestões para Aprimoramento do Sistema de Preparação de Amostras do EBHO.PM em Caetité. CDTN, 9 p.

GOMIDE, P.T.M. - 1982, Relatório Mensal - SUPED/GTGQ. Junho/1982 (parcial), 12 p.

KRUMBEIN, W.C., GRAYBILL, F.A. - 1965, An Introduction to Statistical Models in Geology. MacCraw-Hill Book Co, 475 p.

MARTINS, A.O. - 1980, Análise de Variância e Estudo de Precisão nas Análises Geoquímicas. Nota Técnica DIGEO.PM nº 05/80, 13p.

MICHIE, U. McL. - 1973, The Determination of Sampling and Analytical Errors in Exploration Geochemistry. Economic Geology, vol. 68, 281-282 p.

VALENTE, J.M.G.P. - 1981, Geostatística Aplicada e Operacional. Ouro Preto (MG), 1403-1726 p.



8. ANEXOS

Anexo 01: Relação de Análises das Amostras de Rotina, Duplicata e Replicata.

**MEMO 01**

**RELAÇÃO DE ANÁLISES DAS AMOSTRAS DE ROTINA, DUPLICATA E TRIPLICATA**

| NO | PUNO    | U <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (ppm) |      |      | Na <sub>2</sub> O (%) |       |       | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%) |      |      | CaO (%) |      |      |
|----|---------|-------------------------------------|------|------|-----------------------|-------|-------|------------------------------------|------|------|---------|------|------|
|    |         | ROT                                 | DUP  | REP  | ROT                   | DUP   | REP   | ROT                                | DUP  | REP  | ROT     | DUP  | REP  |
| 01 | 031 FEN | 400                                 | 390  | 400  | 9,94                  | 10,34 | 10,02 | 6,26                               | 6,24 | 6,04 | 7,55    | 7,65 | 7,23 |
| 02 | 031 FEN | 145                                 | 154  | 150  | 10,30                 | 10,51 | 10,45 | 5,07                               | 4,90 | 4,80 | 7,04    | 6,83 | 6,64 |
| 03 | 031 FEN | 340                                 | 360  | 340  | 8,88                  | 9,22  | 8,97  | 7,29                               | 7,19 | 6,50 | 8,04    | 8,04 | 7,24 |
| 04 | 031 FEN | 250                                 | 260  | 270  | 9,87                  | 10,40 | 9,43  | 4,12                               | 4,19 | 4,12 | 7,00    | 7,04 | 6,06 |
| 05 | 031 FEN | 290                                 | 290  | 290  | 9,17                  | 9,16  | 9,81  | 5,62                               | 5,85 | 5,60 | 7,62    | 7,95 | 7,30 |
| 06 | 031 FEN | 139                                 | 141  | 144  | 10,57                 | 10,84 | 10,73 | 4,35                               | 4,54 | 4,54 | 5,90    | 6,20 | 6,09 |
| 07 | 031 FEN | 198                                 | 190  | 195  | 10,02                 | 10,10 | 9,44  | 5,45                               | 5,69 | 5,16 | 7,20    | 7,61 | 7,22 |
| 08 | 031 FEN | 130                                 | 129  | 126  | 10,24                 | 10,42 | 10,28 | 4,86                               | 4,92 | 4,90 | 6,11    | 5,89 | 5,76 |
| 09 | 034 FEN | 330                                 | 310  | 310  | 10,46                 | 9,72  | 10,07 | 4,76                               | 4,73 | 4,81 | 1,50    | 1,48 | 1,61 |
| 10 | 034 FEN | 300                                 | 310  | 310  | 11,21                 | 11,50 | 11,67 | 3,70                               | 3,84 | 3,92 | 0,77    | 0,85 | 0,70 |
| 11 | 034 FEN | 750                                 | 800  | 750  | 11,37                 | 10,56 | 10,84 | 4,60                               | 4,70 | 5,10 | 0,72    | 0,81 | 0,88 |
| 12 | 034 FEN | 620                                 | 450  | 460  | 12,14                 | 11,56 | 11,45 | 5,19                               | 4,82 | 4,41 | 1,00    | 1,04 | 1,02 |
| 13 | 034 FEN | 240                                 | 230  | 240  | 11,14                 | 10,82 | 11,05 | 8,46                               | 7,80 | 7,60 | 1,85    | 1,87 | 1,87 |
| 14 | 051 FND | 420                                 | 500  | 470  | 11,63                 | 11,14 | 11,04 | 4,40                               | 4,81 | 3,67 | 1,20    | 1,31 | 1,36 |
| 15 | 051 FND | 187                                 | 192  | 200  | 12,95                 | 12,84 | 12,91 | 4,82                               | 4,76 | 3,81 | 1,15    | 1,27 | 1,25 |
| 16 | 051 FND | 110                                 | 132  | 124  | 10,97                 | 10,20 | 9,98  | 2,67                               | 3,01 | 2,47 | 0,70    | 0,70 | 0,67 |
| 17 | 051 FND | 114                                 | 110  | 109  | 10,72                 | 10,99 | 11,00 | 3,85                               | 4,19 | 3,83 | 5,33    | 5,76 | 6,10 |
| 18 | 051 FND | 240                                 | 230  | 230  | 11,35                 | 11,52 | 11,70 | 4,80                               | 5,19 | 4,46 | 3,24    | 3,24 | 3,40 |
| 19 | 113 LRA | 420                                 | 460  | 460  | 12,41                 | 11,83 | 12,19 | 4,30                               | 5,26 | 4,68 | 4,51    | 4,82 | 4,55 |
| 20 | 113 LRA | 470                                 | 490  | 490  | 12,03                 | 12,05 | 11,96 | 4,67                               | 5,39 | 5,31 | 5,44    | 6,06 | 5,98 |
| 21 | 113 LRA | 400                                 | 400  | 400  | 12,26                 | 12,19 | 12,32 | 4,81                               | 4,33 | 4,89 | 5,47    | 5,35 | 5,62 |
| 22 | 113 LRA | 750                                 | 820  | 830  | 12,50                 | 12,41 | 12,30 | 5,67                               | 5,26 | 5,81 | 4,71    | 4,66 | 4,86 |
| 23 | 113 LRA | 720                                 | 740  | 730  | 12,14                 | 12,52 | 12,41 | 5,96                               | 4,45 | 4,51 | 5,24    | 4,55 | 4,68 |
| 24 | 113 LRA | 640                                 | 700  | 760  | 11,76                 | 12,41 | 11,96 | 4,82                               | 4,86 | 4,43 | 5,43    | 5,42 | 5,38 |
| 25 | 113 LRA | 930                                 | 930  | 940  | 11,98                 | 11,86 | 11,70 | 5,20                               | 6,12 | 5,50 | 5,33    | 5,53 | 5,31 |
| 26 | 113 LRA | 580                                 | 600  | 610  | 12,32                 | 12,19 | 11,89 | 4,80                               | 5,43 | 5,77 | 5,01    | 5,25 | 5,63 |
| 27 | 113 LRA | 560                                 | 600  | 600  | 12,06                 | 12,07 | 11,94 | 5,58                               | 5,43 | 5,92 | 5,92    | 6,11 | 6,34 |
| 28 | 113 LRA | 5000                                | 4800 | 4800 | 11,01                 | 11,57 | 11,51 | 6,22                               | 5,53 | 6,29 | 5,03    | 5,07 | 5,39 |
| 29 | 031 FEN | 10                                  | 8    | 7    | 8,99                  | 8,90  | 8,99  | 6,20                               | 6,27 | 5,95 | 6,16    | 6,21 | 6,16 |
| 30 | 031 FEN | 20                                  | 18   | 17   | 10,01                 | 10,11 | 10,12 | 4,90                               | 4,87 | 4,91 | 7,96    | 7,79 | 7,73 |
| 31 | 031 FEN | 8                                   | 9    | 9    | 10,16                 | 10,39 | 10,05 | 2,91                               | 2,90 | 2,78 | 9,36    | 9,89 | 9,66 |
| 32 | 031 FEN | 8                                   | 9    | 7    | 9,63                  | 10,61 | 10,07 | 4,32                               | 3,87 | 3,75 | 7,62    | 7,60 | 7,60 |
| 33 | 031 FEN | 20                                  | 20   | 20   | 11,59                 | 11,55 | 11,34 | 5,68                               | 5,43 | 5,68 | 4,69    | 4,69 | 4,52 |
| 34 | 031 FEN | 20                                  | 26   | 24   | 10,64                 | 11,30 | 11,11 | 4,10                               | 4,73 | 4,53 | 4,80    | 5,16 | 4,84 |
| 35 | 031 FEN | 13                                  | 10   | 10   | 11,76                 | 11,34 | 10,67 | 4,73                               | 4,41 | 4,55 | 6,25    | 5,90 | 5,97 |
| 36 | 031 FEN | 10                                  | 8    | 11   | 10,40                 | 10,40 | 10,56 | 5,10                               | 5,34 | 5,43 | 5,13    | 5,34 | 5,00 |
| 37 | 034 FLA | 20                                  | 24   | 22   | 10,43                 | 10,52 | 10,58 | 6,85                               | 6,32 | 6,46 | 1,89    | 1,93 | 1,98 |
| 38 | 051 FND | 29                                  | 29   | 40   | 10,71                 | 10,72 | 10,89 | 1,29                               | 1,16 | 1,27 | 2,89    | 2,74 | 2,69 |
| 39 | 051 FND | 16                                  | 19   | 20   | 11,70                 | 11,54 | 11,80 | 3,84                               | 3,40 | 3,85 | 1,55    | 1,35 | 1,42 |
| 40 | 051 FND | 69                                  | 84   | 80   | 10,36                 | 10,81 | 10,95 | 4,65                               | 3,72 | 4,51 | 2,31    | 2,30 | 2,30 |