UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA POLITÉCNICA

FERNANDO LUCAS DOS SANTOS PEIXOTO DE VILLANOVA

Estudo do erro fundamental de amostragem: uma comparação entre o teste de heterogeneidade e o teste da árvore no quartzo fumê na Mina Lamego (Sabará, MG)

SÃO PAULO
2018

FERNANDO LUCAS DOS SANTOS PEIXOTO DE VILLANOVA

Estudo do erro fundamental de amostragem: uma comparação entre o teste de heterogeneidade e o teste da árvore no quartzo fumê na Mina Lamego (Sabará, MG)

VERSÃO REVISADA

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia Mineral

Orientadora: Profa. Dra. Ana Carolina Chieregati.
Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo

SÃO PAULO

2018

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor:

Fernando Lucas Villanova

Assinatura do orientador:

Catálogo na Publicação
Serviço de Biblioteca e Documentação
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Villanova, Fernando Lucas dos Santos Peixoto de

Estudo do erro fundamental de amostragem: uma comparação entre o teste de heterogeneidade e o teste da árvore no quartzo fumê na Mina Lamago (Sabará, MG) / F. L. S. P. Villanova -- São Paulo, 2018.

79 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo.

1. Teoria da amostragem 2. Ouro 3. Teste de heterogeneidade 4. Teste da árvore I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo II. t.

RESUMO

O processo de estimativa de teores, em qualquer etapa de um empreendimento mineiro, requer resultados confiáveis para a tomada de decisão ou para a entrega de produtos finais. Através da caracterização dos tipos de erros a que um protocolo de amostragem está exposto e da definição de diversas práticas corretas para eliminá-los, Pierre Gy desenvolveu a Teoria da Amostragem. Dentre os onze erros identificados, o erro fundamental de amostragem – *Fundamental Sampling Error* (FSE) – é o único que não pode ser anulado. A forma de estimar o FSE é tema abordado em diversas publicações, sendo que os dois métodos mais utilizados são o teste de heterogeneidade e o teste da árvore. A seleção da amostra inicial, a massa, o tipo e o local de coleta são alguns dos fatores que impactam diretamente no resultado final, que pode ser mascarado por variações estatísticas, frutos de erros não controlados. Este estudo tem como objetivo comparar os resultados de estimativa de FSE pelos testes de heterogeneidade e da árvore, e a estimativa utilizando observações mineralógicas em testemunhos de sondagem na fórmula de Gy. O presente trabalho foi realizado na mina Lamego, em Sabará, Minas Gerais, utilizando a rocha mineralizada em ouro, o quartzo fumê. A metodologia empregada para o teste de heterogeneidade baseou-se nos protocolos utilizados por Pitard, e o teste da árvore seguiu o protocolo proposto por François-Bongarçon, ambos especialistas e consultores em Amostragem. As análises demonstraram que a utilização somente dos resultados de observações mineralógicas, associados à fórmula de Gy, gerou um alto desvio e, consequentemente, um protocolo de baixa aplicabilidade. O teste de heterogeneidade, único que isola o FSE, apresentou desvio mais alto que o teste da árvore, ao contrário do esperado. A influência de *clusters* de ouro na fração grosseira gerou uma alta variabilidade nos resultados do teste de heterogeneidade e foi retirada do cálculo da estimativa da constante de heterogeneidade constitucional. Com base nos resultados, pôde-se concluir que o teste da árvore é a melhor opção de estimativa do FSE para o minério de ouro de Lamego.

Palavras-chave: Teoria da amostragem. Ouro. Teste de heterogeneidade. Teste da árvore.

ABSTRACT

Grade estimation at any stage of a mining project requires reliable results to guarantee best decisions or the delivery of final products. Characterizing the types of error to which sampling is exposed and defining several correct practices to diminish these errors, Pierre Gy developed the Theory of Sampling. From the eleven identified errors, the Fundamental Sampling Error (FSE) is the only one that will cannot become zero. The estimation of the FSE is a subject of many papers and the most common protocols used are the heterogeneity test and the sampling tree test. The selection of the primary sample, the mass, type and local of collection are some of the factors which directly impact on the final result, that could be masked by statistical variation on the data, rooted on non controlled errors. This study compares the results of FSE estimation by the heterogeneity test, the sampling tree method, and by using mineralogical observations from drill cores on Gy's formula. The study analyses the gold bearing smoky quartz from Lamego Mine, Sabará, Minas Gerais. The methodology for the heterogeneity test was based on the protocol used by Pitard, and the sampling tree method followed François-Bongarçon's protocol, both specialists and consultants on Sampling. The application of Gy's formula using mineralogical observations study resulted in a high deviation of the proposed protocol and this approach was discarded. The heterogeneity test, the only test on which the FSE is isolated, presented a higher deviation than the sampling tree experiment, contradicting the expected result. Gold clusters in the coarse fraction created a high variability of the results and this fraction had to be removed from the calculation of the constitutional heterogeneity constant. Based on the results, it could be concluded that the sampling tree test is the best option to estimate FSE for the Lamego gold ore.

Keywords: Theory of sampling. Gold. Heterogeneity test. Sample tree.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Resumo da origem e da natureza dos erros.....	23
Figura 2 – Estimativa do fator forma das partículas.....	30
Figura 3 – Relação entre o diâmetro do material e o diâmetro de liberação.....	32
Figura 4 – Representação do diâmetro equivalente de partículas de ouro em <i>cluster</i> : a) diâmetro d_{95} das partículas de ouro quando não formam <i>clusters</i> ; b) diâmetro de um cubo equivalente ao tamanho dos <i>clusters</i>	36
Figura 5 – Imagem de satélite sobreposta com a dobra Lamego e seus corpos mineralizados. A produção ocorre nos corpos vermelhos.....	38
Figura 6 – a) Concentrado gravimétrico do MCH, contendo ouro (Au), galena (Gal), arsenopirita (Apy) e outros sulfetos, no microscópio eletrônico b) Seção delgada polida da BIF, contendo Au incluído na Apy; presença de pirita (Py) e mica branca (Mbr).....	39
Figura 7 – Exemplo de sequência de lavra do tipo corte e aterro: 1) dimensões de altura, largura, estéril e minério; 2) perfuração para corte e contenção; 3) detonação seletiva do minério; 4) preenchimento da galeria e início do novo ciclo.....	40
Figura 8 – Exemplo de sequenciamento de lavra pelo método <i>open stopping</i>	40
Figura 9 – Amostragem com uso de haste.....	42
Figura 10 – Gráfico de frequência absoluta acumulada dos resultados de teor de ouro no MCH.....	43
Figura 11 – Mapa em planta da campanha de sondagem, realizada no corpo Carruagem nível 5.....	44
Figura 12 – Disposição dos fragmentos da maior fração.....	46
Figura 13 – Divisor <i>Jones</i>	47
Figura 14 – Árvore para a divisão binária de 128 amostras.....	48
Figura 15 – Amostras selecionadas para o primeiro grupo.....	49
Figura 16 – Etiqueta de quantificação de grãos de ouro e características do intervalo...	50
Figura 17 – Concentrador centrífugo de laboratório.....	51
Figura 18 – Mesa de concentração gravimétrica.....	52

Figura 19 – Correlação entre a estimativa de IH_L e o <i>top-size</i> (d_{95}).....	55
Figura 20 – Correlação entre o produto da variância do FSE e a massa da amostra com o <i>top-size</i>	58
Figura 21 – Correlação entre o produto da variância do FSE e a massa da amostra com o <i>top-size</i>	60
Figura 22 – Gráfico de granulação das partículas de ouro visível	62
Figura 23 – Parte do testemunho serrado, selecionado para laminação. Presença de grãos de ouro de 400, 100 e menores que 100 μm	63
Figura 24 – Aglomerado de pirita de granulação fina.....	68
Figura 25 – Croqui esquemático das possíveis formas de mineralizações e sua relação com o diâmetro do testemunho de sondagem.....	69
Figura 26 – Exemplo de granulação de ouro e número de partículas para a obtenção de 15 g/t em uma alíquota de 30 g.....	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição dos grupos para o teste de heterogeneidade.....	45
Tabela 2 – Especificação das etapas do protocolo hipotético.....	53
Tabela 3 – Resultados para os grupos A, B, C, D e E do teste de heterogeneidade.....	54
Tabela 4 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE, com uso dos parâmetros do teste de heterogeneidade.....	56
Tabela 5 – Resultados para os quatro grupos do teste da árvore geral.....	57
Tabela 6 – Estimativa do desvio-padrão relativo do protocolo hipotético, com uso dos parâmetros K e α do teste da árvore geral.....	59
Tabela 7 – Resultados das quatro frações analisadas do teste da árvore local.....	60
Tabela 8 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE em cada etapa do protocolo hipotético, com uso dos parâmetros K e α do teste da árvore local.....	61
Tabela 9 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE em cada etapa do protocolo hipotético, com uso das informações de <i>cluster</i> e <i>top-size</i> do ouro.....	63

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	11
2	OBJETIVOS.....	13
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
3.1	Amostragem.....	14
3.1.1	Definições básicas.....	14
3.1.2	Conceito de homogeneidade e heterogeneidade.....	15
3.1.3	Heterogeneidade constitucional.....	15
3.1.4	Heterogeneidade distribucional.....	17
3.1.5	Relação entre heterogeneidade constitucional e distribucional.....	18
3.1.6	Definição e propriedades do fator de agrupamento.....	19
3.1.7	Definição e propriedades do fator de segregação.....	20
3.1.8	Acurácia, representatividade, reprodutibilidade e precisão.....	21
3.2	Erro global de estimativa.....	22
3.2.1	Efeito pepita <i>in situ</i>	23
3.2.2	Erro fundamental de amostragem.....	23
3.2.3	Erro de segregação e agrupamento.....	24
3.2.4	Erro de delimitação do incremento.....	24
3.2.5	Erro de extração do incremento.....	25
3.2.6	Erro de preparação do incremento.....	25
3.2.7	Erro de ponderação do incremento.....	25
3.2.8	Erro de integração de processo 1 (pequena escala).....	26
3.2.9	Erro de integração de processo 2 (grande escala não periódica).....	26
3.2.10	Erro de integração de processo 3 (grande escala periódica).....	26
3.2.11	Erro analítico.....	27
3.3	A fórmula do erro fundamental de amostragem.....	28
3.3.1	Teste de heterogeneidade.....	33
3.3.2	Teste da árvore.....	34
3.3.3	Estimativa do FSE baseado em informações mineralógicas.....	36
3.4	Métodos analíticos para ouro.....	37
3.5	Mina Lamego.....	38
3.5.1	Geologia local.....	38

3.5.2	Lavra.....	39
3.5.3	Controles de amostragem.....	41
4	METODOLOGIA.....	44
4.1	Teste de heterogeneidade.....	45
4.2	Teste da árvore.....	47
4.2.1	Teste da árvore geral.....	47
4.2.2	Teste da árvore local.....	49
4.3	Descrição de testemunhos.....	50
4.3.1	Informações mineralógicas.....	51
5	RESULTADOS.....	53
5.1	Teste de heterogeneidade.....	54
5.2	Teste da árvore.....	57
5.2.1	Teste da árvore geral.....	57
5.2.2	Teste da árvore local.....	60
5.3	FSE baseado nas descrições de testemunhos.....	62
6	DISCUSSÃO.....	64
7	CONCLUSÕES.....	71
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	72
	APÊNDICES.....	75

1 INTRODUÇÃO

Desde o início das pesquisas até a entrega do produto, o conteúdo de uma jazida mineral é definido por amostragens. Cada elemento da jazida ou da mineralização requer técnicas e protocolos de amostragem que podem ser completamente distintos, por exemplo, a massa mínima de amostra de um minério de ferro e de um de ouro são completamente diferentes, considerando um mesmo desvio padrão relativo. Apesar das particularidades, como elementos deletérios, usualmente a concentração de ferro é próxima de 50%, enquanto o ouro e metais preciosos ocorrem na grandeza de partes por milhão (ppm ou g/t). Os baixíssimos conteúdos metálicos dos depósitos de metais preciosos, associados ao seu alto valor agregado, requerem um olhar teórico e prático mais cuidadoso para as questões de amostragem (CHIEREGATI; PITARD, 2009). A decisão sobre a classificação de um bloco ou uma frente de lavra como minério ou estéril normalmente se baseia em poucas amostras e pode resultar na perda ou no ganho de grande montante de investimento (MINNITT, 2007).

Ao se deparar com dificuldades para avaliar uma grande pilha de minério de chumbo e verificar a falta de literatura sobre o assunto, Pierre Gy iniciou seus estudos, que evoluíram para a teoria da amostragem na década de 70, conhecida como *Theory of Sampling* (TOS). A TOS é baseada em aspectos geoestatísticos e técnicos da amostragem e define que toda amostragem é passível de uma série de erros. Alguns deles são relacionados à heterogeneidade do minério, à distribuição e à textura, enquanto outros decorrem das técnicas usadas na amostragem, da forma como são aplicadas ou dos instrumentos analíticos (GY, 2004a).

A partir do escândalo da Bre-X em 1995, no qual houve uma fraude ao reportar resultados de um depósito de ouro em Busang, na Indonésia (BROWN JR; BURDEKIN, 2000), os padrões internacionais de relatórios de recursos e reservas, como *Joint Ore Reserve Committee* (JORC) e *National Instrument* (NI) 43-101, foram revisados. Tal padronização preconiza uma série de boas práticas, exigidas para reportar resultados de um empreendimento mineiro na bolsa de valores. Embora essas exigências restrinjam muitas fraudes, as normas são pouco específicas em relação à representatividade da amostra e ao viés que ela apresenta desde sua retirada até as etapas de preparação, subdivisão e análise laboratorial, quando poucos gramas representarão toneladas de material (GY, 2004a).

O erro fundamental de amostragem – *Fundamental Sampling Error* (FSE) – é o menor erro gerado por um processo ideal de amostragem (PITARD, 1993), e a partir dele é possível estimar o desvio em cada etapa e o desvio total de um protocolo de amostragem. A fórmula introduzida por Gy (2004b) calcula a variância do FSE para qualquer material particulado e

pode ser calibrada com a utilização de testes de heterogeneidade. A singularidade da calibração representa as características do depósito (MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010).

Depósitos com ouro nativo, associado a grandes massas irregulares de quartzo fumê, apresentam-se no mundo inteiro relacionados a *greenstone belts*. São conhecidos como ouro em filões (*lode gold*) ou depósitos somente de ouro (*gold-only*) (DUBÉ; GOSSELIN, 2007). Na região do presente estudo, pesquisas de Sales (1998) e Martins (2011) confirmaram essa característica, enquadrando a jazida na classificação de ouro em filão, associado à zona de cisalhamento. O ouro nativo forma pepitas e apresenta distribuição errática, o que contribui para o aumento da variabilidade do depósito. A distribuição não estruturada requer uma abordagem distinta no protocolo comum de amostragem de ouro, que deve ser modificado para garantir a melhor avaliação e o aproveitamento do recurso mineral (CHIEREGATI; PITARD, 2009).

2 OBJETIVOS

O principal objetivo deste trabalho é comparar a estimativa da variância do FSE pelo teste de heterogeneidade (PITARD, 1993), pelo teste da árvore (FRANÇOIS-BONGARÇON, 1993) e pela fórmula de Gy, adaptada com base nas observações mineralógicas (PITARD, 2015) para o quartzo fumê da mina de Lamego. A partir dos dados encontrados, será proposto o protocolo ótimo de amostragem, de forma viável e que minimize o desvio-padrão dos resultados, aumentando a confiabilidade nas estimativas de teor de ouro e do erro fundamental de amostragem.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Amostragem

Em 1865, Brunton foi pioneiro ao se referir à amostragem, uma vez que propôs uma fórmula na qual a massa da amostra deveria ser proporcional ao cubo da maior partícula. A fórmula considera a similaridade geométrica, sendo necessário o mesmo número de fragmentos para diferentes tamanhos. Em 1908, Richards alterou a proporção para o quadrado da maior partícula, para que a massa da amostra fosse praticável na indústria. Em 1945, Hassialis propôs um modelo teórico baseado em estatística multinomial, que utilizava uma gama de parâmetros e limitava a sua utilidade. Posteriormente, em 1949, Durval apresentou um modelo binomial, segundo o qual as amostras deveriam ter a mesma massa, fato raro quando se trata de materiais com diferentes composições. Evidenciou-se que os trabalhos anteriores à TOS avaliaram questões geométricas e distribuições estatísticas, mas negligenciaram as propriedades mineralógicas dos minérios (GY, 2004d).

No entanto, questões relacionadas à massa mínima de amostra necessária para gerar um resultado confiável de um lote, dentro do contexto da amostragem, foram pouco citadas antes de Gy. Trata-se de um tema pouco abordado no sistema de ensino superior, o que limita sua disseminação, a prevenção de erros e as perdas no dia a dia ao se estimarem lotes de materiais particulados (GY, 2004a).

3.1.1 Definições básicas

Deve haver clareza sobre uma série de descrições e definições para a correta aplicação da teoria da amostragem. Interpretações incorretas dos termos e de leis matemáticas geram erros graves na aplicação da TOS (GY, 2004a).

Dessa forma, do ponto de vista teórico, a denominação “lote” (L) é um conjunto de unidades discretas. O termo “unidade” remete a um fragmento ou incremento, que é um grupo de fragmentos próximos, extraídos do lote ao mesmo tempo, em uma única operação de amostragem. O conjunto pode ser uma população não ordenada, um conjunto de fragmentos de rocha ou uma série de unidades ordenadas, como amostras em uma correia, ordenadas cronologicamente (GY, 2004a).

Em todas as etapas de redução de massa, na amostragem um lote é representado por um sublote até a fase analítica. A “amostra”, na origem de sua definição, é probabilística, correta e

mantêm todas as características de L . A probabilidade de um constituinte ser selecionado classifica-o como: não probabilístico, quando alguns constituintes têm a probabilidade zero de ser escolhidos; probabilístico, quando todos os constituintes têm alguma probabilidade de ser escolhidos (GY, 2004a).

As amostras probabilísticas ainda podem ser corretas, quando todos os constituintes têm a mesma chance de ser selecionados e a integridade dos constituintes é respeitada, ou incorretas, quando a probabilidade se relaciona com alguma propriedade física do constituinte, como forma, densidade, tamanho, etc., ou a integridade não é mantida. A amostragem não correta pode ser não probabilística ou probabilística incorreta. Ambas situações geram amostras não confiáveis (GY, 2004a).

3.1.2 Conceito de homogeneidade e heterogeneidade

Um conjunto de dados é homogêneo quando todas as unidades são estritamente idênticas. Quando essa condição não é estabelecida, o conjunto é definido como heterogêneo. Essa classificação está intimamente ligada às propriedades constitucionais e distribucionais. A propriedade constitucional é uma característica intrínseca que só pode ser modificada por alterações físicas, como reduções granulométricas. A propriedade distribucional depende da forma na qual os constituintes se distribuem e pode ser alterada por homogeneização, mistura ou segregação (GY, 2004a).

3.1.3 Heterogeneidade constitucional

Um lote L , composto por um conjunto de constituintes, é heterogêneo quando todos os elementos não têm estritamente a mesma composição. No entanto, se um lote L apresenta um processo exato de amostragem, no qual todas as alíquotas são de idêntica composição, define-se um conjunto de constituintes homogêneos (GY, 2004a).

A heterogeneidade constitucional (CH_L) é o nome dado para a característica intrínseca dos fragmentos do lote, quando observados individualmente. A CH_L depende de características dos fragmentos (forma, tamanho, densidade, entre outros) que, caso fossem idênticos, seu valor seria zero. Essa característica da variabilidade entre os fragmentos é imutável, a não ser que seja realizada outra etapa de cominuição (PITARD, 1993).

A CH_L de um lote L baseia-se na média da diferença individual entre todos os fragmentos e, por isso, mistura e homogeneização não geram efeito algum a essa média

(PITARD; FRANÇOIS-BONGARÇON, 2011). A heterogeneidade de cada fragmento pode ser calculada por:

$$h_i = \frac{(a_i - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_i}{\bar{M}_i} = N_F \frac{(a_i - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_i}{M_L} \quad (1)$$

Onde a_i é o conteúdo de interesse em qualquer fragmento F_i do lote; a_L é o conteúdo médio do lote; M_i , a massa de qualquer fragmento do lote; $\bar{M}_i$, a massa média dos fragmentos do lote; M_L , a massa do lote; N_F , o número de fragmentos no lote; h_i , a heterogeneidade relativa, adimensional, que qualquer fragmento do lote contém.

A média da heterogeneidade de um fragmento é zero:

$$m(h_i) = \sum_i \frac{h_i}{N_F} = 0 \quad (2)$$

A variância da heterogeneidade de todos os fragmentos do lote define a heterogeneidade constitucional CH_L :

$$CH_L = s^2(h_i) = \frac{1}{N_F} \sum_i h_i^2 = N_F \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_i^2}{M_L^2} \quad (3)$$

Visto que é impraticável estimar o N_F ou a heterogeneidade dos fragmentos, a CH_L não é estimada. Contudo, como as características do material são independentes do tamanho do lote, através da multiplicação de CH_L por um fator constante (M_L/N_F), que é a massa média de um fragmento $\bar{M}_i$, é possível definir a constante de heterogeneidade constitucional (IH_L):

$$IH_L = \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_i^2}{M_L} = \bar{M}_i \cdot CH_L \quad (4)$$

3.1.4 Heterogeneidade distribucional

Um conjunto de incrementos ou agrupamentos de constituintes vizinhos apresenta heterogeneidade distribucional (DH_L) quando esse grupo não é estritamente idêntico em sua composição a outro incremento ou grupo do mesmo lote. Assim, DH_L é a diferença entre incrementos do lote. Esse valor pode ser reduzido por homogeneização, mas tende a aumentar por segregação e concentração por gravidade induzida ou natural (PITARD; FRANÇOIS-BONGARÇON, 2011).

Tal como a heterogeneidade de cada fragmento (h_i), a de cada grupo (h_n) pode ser calculada por:

$$h_n = \frac{(a_n - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_n}{M_L} = N_G \frac{(a_n - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_n}{M_L} \quad (5)$$

Onde a_n é o conteúdo de interesse em qualquer grupo de fragmentos G_n do lote; a_L é o conteúdo médio do lote; M_n , a massa de qualquer grupo de fragmentos do lote; M_L , a massa do lote; N_G , o número de grupos de fragmentos totais do lote; h_n , a heterogeneidade de qualquer grupo de fragmentos do lote. Sabe-se que a heterogeneidade (h_n) de um grupo de fragmentos (G_n) é idêntica à média da heterogeneidade dos fragmentos (h_{ni}) do grupo (PITARD, 1993).

A média da heterogeneidade de um grupo de fragmentos é zero:

$$m(h_n) = \sum_n \frac{h_n}{N_G} = 0 \quad (6)$$

A variância da heterogeneidade de todos os grupos de fragmentos do lote define a heterogeneidade distribucional DH_L :

$$DH_L = s^2(h_n) = \frac{1}{N_G} \sum_n h_n^2 = N_G \sum_n \frac{(a_n - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_n^2}{M_L^2} \quad (7)$$

3.1.5 Relação entre heterogeneidade constitucional e distribucional

Pitard (1993) mostra que, como G_n é um subgrupo do lote L , há similaridade entre as massas dos fragmentos do grupo (M_{nj}) e do lote (M_L), que por definição são idênticos. Desse modo, tem-se:

$$h_{nj} = \frac{(a_{nj} - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_{nj}}{M_{nj}} = N_F \frac{(a_{nj} - a_L)}{a_L} \cdot \frac{M_{nj}}{M_L} \quad (8)$$

E, portanto:

$$\sum_i h_i^2 = \sum_n \sum_j h_{nj}^2 \quad (9)$$

Que, de forma simplificada, pode ser reescrito como:

$$h_i = h_{nj} = (h_{nj} - h_n) + h_n \quad (10)$$

Ao se elevarem ao quadrado ambos os lados da equação (10), obtém-se:

$$h_i^2 = h_{nj}^2 = (h_{nj} - h_n)^2 + 2(h_{nj} - h_n)h_n + h_n^2 \quad (11)$$

Se realizarmos a soma da equação (11) em um lote L com N_F fragmentos e assumirmos que o módulo do volume de observações (N_n) é constante, teremos:

$$\sum_i h_i^2 = \sum_n \sum_j h_{nj}^2 = \sum_n \sum_j (h_{nj} - h_n)^2 + 2 \sum_n \sum_j (h_{nj} - h_n)h_n + N_n \sum_n \sum_j h_n^2 \quad (12)$$

O segundo termo da expansão é nulo em razão da equação (10). Para que haja comparação entre a equação (12) e a heterogeneidade constitucional da equação (3), divide-se a primeira por N_F :

$$\frac{1}{N_F} \sum_i h_i^2 = \frac{1}{N_F} \sum_n \sum_j (h_{nj} - h_n)^2 + \frac{1}{N_G} \sum_n \sum_j h_n^2 \quad (13)$$

Dessa forma, a equação (13) pode ser escrita como:

$$CH_L = CH_{\bar{n}} + DH_L \quad (14)$$

Onde $CH_{\bar{n}}$ é a média da heterogeneidade constitucional dos diferentes grupos de fragmentos de G_n no lote L . Como todos os termos das equações (13 e 14) são elevados ao quadrado, a soma é positiva ou nula e, com isso, a seguinte inequação pode ser obtida:

$$CH_L \geq DH_L \geq 0 \quad (15)$$

O valor da heterogeneidade distribucional é sempre menor que a heterogeneidade constitucional, igualando-se somente quando os grupos são compostos por um único fragmento. Também é sabido que a heterogeneidade distribucional natural ($DH_{L\,nat}$) em função da forma, densidade, etc. nunca é nula, mas sempre maior que a heterogeneidade distribucional mínima ($DH_{L\,min}$) em função do tamanho dos grupos e do número de incrementos (PITARD, 1993), e é definida pela equação:

$$(DH_L)_{min} = \frac{N_G - 1}{N_F - 1} CH_L \quad (16)$$

Assim, tem-se:

$$CH_L \geq (DH_L)_{nat} > (DH_L)_{min} > 0 \quad (17)$$

3.1.6 Definição e propriedades do fator de agrupamento

A determinação do nome “fator de agrupamento” (γ) tem origem em sua definição mais comum de razão entre o número total de fragmentos N_F e o número total de grupos N_G . No entanto, sua representação correta é:

$$\gamma = \frac{N_F - N_G}{N_G - 1} \quad (18)$$

Que, após o rearranjo dos termos, é equivalente a:

$$\frac{1}{1 + \gamma} = \frac{N_G - 1}{N_F - 1} \quad (19)$$

Ao substituírmos a equação (19) na fórmula (16), obtemos:

$$(DH_L)_{min} = \frac{N_G - 1}{N_F - 1} CH_L = \frac{1}{1 + \gamma} CH_L \quad (20)$$

Observa-se que o fator de agrupamento é indiretamente proporcional ao número de grupos e diretamente proporcional ao número de fragmentos. O menor valor atribuído a γ é zero e ocorre quando o número de grupos é igual ao número de fragmentos, ou seja, os grupos são compostos por um único fragmento. No entanto, γ é um valor exorbitante quando o número de grupos se aproxima de um; com isso, $DH_{L\ min}$ se aproxima de 0 (PITARD, 1993).

3.1.7 Definição e propriedades do fator de segregação

Pitard (1993) sugere que, para a maior clareza na definição do fator de segregação, é importante voltar à equação (17) e multiplicar a heterogeneidade constitucional pelo fator $(1 + \gamma)/(1 + \gamma)$, que é igual a 1. Essa multiplicação não altera a equação (17), que é representada por:

$$\frac{1 + \gamma}{1 + \gamma} CH_L \geq (DH_L)_{nat} > \frac{1}{1 + \gamma} CH_L > 0 \quad (21)$$

Entende-se que, para se obter $DH_{L\ nat}$, é necessário multiplicar CH_L por algum valor entre 1 e $(1 + \gamma)$. Esse valor foi escrito como $(1 + \xi\gamma)$, e ξ foi nomeado como fator de segregação. Dessa forma, a heterogeneidade distribucional natural pode ser escrita como:

$$(DH_L)_{nat} = \frac{1 + \xi\gamma}{1 + \gamma} CH_L \quad (22)$$

Após a substituição da equação (22) e sua resolução, a inequação (21) define o domínio natural do fator de segregação como:

$$1 \geq \xi_{nat} \geq 0 \quad (23)$$

Quando ξ se aproxima de 0, o lote se aproxima do valor de $DH_{L\ min}$. Quando ξ se iguala a 1, a heterogeneidade de distribuição é máxima ($DH_{L\ max}$). Por fim, ao substituirmos $(1/1 + \gamma)$ da equação (19) na equação (22), temos a expressão geral para determinar a heterogeneidade distribucional:

$$(DH_L)_{nat} = (1 + \gamma) \frac{N_G - 1}{N_F - 1} CH_L \quad (24)$$

3.1.8 Acurácia, representatividade, reprodutibilidade e precisão

A acurácia mede o viés da amostra, ou seja, o quanto seu valor dista do valor real e desconhecido do lote. Uma amostra acurada tem o valor do quadrado da média do erro total de amostragem (*Total Sampling Error*, TSE) praticamente igual a zero. Esse fato ocorre somente quando a amostragem é realizada de forma correta, nas definições da TOS (GY, 2004a).

O conceito de representatividade é baseado nas propriedades do quadrado da média do erro total de amostragem (*Total Sampling Error*, TSE). Assim, uma amostra ou um procedimento de amostragem é representativo quando o quadrado da média do TSE for inferior a um valor aceitável (GY, 2004a). Para atingir esse número, a amostragem deve ser correta e, portanto, acurada.

As propriedades da variância do erro total de amostragem (TSE) definem o conceito de reprodutibilidade. Dessa forma, uma amostra ou um procedimento de amostragem é reprodutível ou preciso quando a variância do TSE for menor que o máximo valor aceitável (GY, 2004a). Os valores máximos aceitáveis são convenções empíricas para cada tipo de amostragem: em ouro, $\pm 15\%$; em cobre ou metais base, $\pm 10\%$; e para plantas metalúrgicas, $\pm 5\%$ (PITARD, 2010, PITARD, 1993).

3.2 Erro global de estimativa

O erro global de estimativa (*Global Estimation Error*, GEE) é constituído por apenas dois fatores: o erro total de amostragem (TSE) e o erro total analítico (*Total Analytical Error*, TAE). É relativo à diferença entre o resultado analítico da amostra final e o teor real e desconhecido do elemento de interesse no lote (GY, 2004a).

O TSE pode ser discretizado em dez erros: $TSE = \{INE + FSE + GSE + HFE1 + HFE2 + HFE3\} + \{IDE + IEE + IWE + IPE\}$. Os primeiros seis erros aleatórios podem ser reduzidos, mas nunca eliminados. No entanto, os últimos quatro são geradores de vieses, que, através de boas práticas, podem ser eliminados.

É possível agrupar os erros de acordo com suas características. Os erros associados à origem do material particulado são: efeito pepita *in situ* (*In situ Nugget Effect*, INE), erro fundamental da amostragem (FSE), erro de segregação e agrupamento (*Grouping and Segregation Error*, GSE). Aqueles obtidos pelos tipos de processo de amostragem são os erros de flutuação de heterogeneidade (*Heterogeneity Fluctuation Error*, HFE1, HFE2, HFE3). Os originados das etapas de amostragem e do equipamento de amostragem, bem como os de manipulação consistem em erros de delimitação (*Increment Delimitation Error*, IDE), extração (*Increment Extraction Error*, IEE), preparação (*Increment Preparation Error*, IPE) e ponderação dos incrementos (*Increment Weighting Error*, IWE). Por fim, conta-se o TAE, ou erro do laboratório, denominado erro analítico (*Analytical Error*, AE) (MINNITT; RICE; SPANGENBERG, 2007). A Figura 1 resume os erros em grupos, de acordo com os fatores que os afetam:

Figura 1 – Resumo da origem e da natureza dos erros

Fonte: modificado SPANGENBERG (2012).

3.2.1 Efeito pepita *in situ*

O INE é definido pela heterogeneidade do material anteriormente à fragmentação. A distribuição do constituinte de interesse pode estar associada a estruturas geológicas. No entanto, para elementos de baixa concentração, além do auxílio do conhecimento geológico, é necessário um suporte amostral adequado para representar a unidade mineralizada. Dessa forma, os resultados são influenciados pela variabilidade *in situ* do minério, gerando diferentes valores da característica analisada para um mesmo local (CHIEREGATI; PITARD, 2009).

3.2.2 Erro fundamental de amostragem

A heterogeneidade constitucional (CH_L) refere-se às diferenças na composição dos fragmentos quando comparados um a um. O erro fundamental de amostragem (FSE) é função da heterogeneidade constitucional e causado pela diferença dos tamanhos de partícula, forma, densidade, teor e propriedades físicas. Essa heterogeneidade não se reduz por homogeneização,

mas se eleva com a cominuição do material até a aproximação da liberação do constituinte de interesse. Após a liberação do mineral, a heterogeneidade constitucional não se altera. Há uma relação direta entre o aumento da heterogeneidade constitucional e do FSE. O aumento de massa da amostra, associado à redução granulométrica, reduz a variância do FSE (GY, 2004b).

Ao se coletar a amostra de um lote de material fragmentado, respeitando a definição de seleção probabilística correta de um fragmento por vez, aleatoriamente, é gerado um erro entre o teor da amostra e o teor real e desconhecido do lote. Nessas condições, o erro é o menor possível e, por isso, é definido como erro fundamental de amostragem (GY, 2004b; GY, 2004d).

A fórmula de Gy para o erro fundamental caracteriza a variância relativa do teor da amostra:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] \cdot clfgd^3 \quad (25)$$

Onde, s_{FSE}^2 é a variância relativa do erro fundamental de amostragem do resultado de teor da amostra, M_s é a massa da amostra, M_L é a massa do lote, d é o tamanho nominal da peneira que retém 5% dos fragmentos (*top-size*, d_{95}), e c , l , f , e g são fatores que podem ser calculados ou obtidos experimentalmente.

3.2.3 Erro de segregação e agrupamento

Chieragati (2007) define que a diferença na constituição das amostras (composição, forma, tamanho, densidade, etc.), quando associada às forças gravitacionais, rearranjam os materiais, segregando-os. O erro de segregação e agrupamento (GSE) é função da variabilidade, adicionada pela segregação do lote e pelo agrupamento gerado por essa segregação, o que diminui a aleatoriedade. Uma medida para a redução do erro é a coleta do máximo número de incrementos de menor tamanho possível, uma vez que a coleta de fragmentos individuais é uma tarefa dispendiosa e demorada. Desse modo, quanto maior o tamanho dos incrementos, maior o erro de segregação e agrupamento.

3.2.4 Erro de delimitação do incremento

O erro de delimitação do incremento (IDE) é definido pela diferença entre tamanho, forma, geometria e morfologia do incremento correto a ser delimitado e o que realmente foi

demarcado. Para amostras de canaleta, a delimitação do incremento baseia-se no acamamento ou na foliação da rocha e é demarcada por uma linha contínua, perpendicular a essa estrutura e que respeita a verdadeira grandeza da camada. Em fluxos, é definida pela geometria do equipamento de corte e pela velocidade, que deve ser mantida constante durante a tomada de amostra. É uma operação geométrica que, se seguida corretamente, faz com que o IDE seja zero (GY, 2004a).

3.2.5 Erro de extração do incremento

Após a delimitação correta do incremento, espera-se sua extração correta. No entanto, interações mecânicas entre o material amostrado e a ferramenta utilizada podem gerar diferenças entre o incremento ideal e o realizado. Em amostras de canaletas, raramente é possível anular esse erro, devido ao uso de ferramenta inadequada, à perda ou à retirada excessiva de material. Para amostras de fluxo contínuo, sólido ou líquido, ao se assegurarem a abertura mínima de 10 mm, ou três vezes o tamanho do maior fragmento, e a velocidade de corte máxima de 60 cm/s, pode-se anular o IEE (GY, 2004a). Pitard (1993) sugere velocidade máxima de corte ainda menor, de 45 cm/s.

3.2.6 Erro de preparação do incremento

O IPE constitui todas as variâncias adicionadas após a coleta da amostra. Os erros têm origens diversas, como contaminação, perda, alterações físicas e químicas durante o transporte, secagem, peneiramento, britagem e moagem. Além disso, podem ser involuntários e voluntários, adicionados pelos operadores de laboratório (GY, 2004a).

3.2.7 Erro de ponderação do incremento

O IWE é gerado quando os incrementos coletados durante o processo de amostragem não são proporcionais ao lote, como, por exemplo, a amostragem preferencial de fragmentos grossos ou de fragmentos finos na formação de amostras compostas. Em amostragens unidimensionais, o erro advém da flutuação da massa na correia, associada à tomada de amostras definidas por tempo. Desse modo, amostras coletadas em períodos adjacentes têm massas semelhantes, mas representam intervalos de massas completamente discrepantes. Esse

erro perfaz uma parte da variabilidade de grande escala. A variância do erro é função da diferença entre o teor do lote e dos incrementos coletados (SPANGENBERG, 2012).

3.2.8 Erro de flutuação de heterogeneidade 1 (pequena escala)

O HFE1, também conhecido como variabilidade de pequena escala, é resultante do método utilizado para tomar a amostra. Sua característica aleatória não pode ser modificada por ser função do fluxo de material, mas pode ser mitigada pelo aumento da massa da amostra (SPANGENBERG, 2012). Esse erro ocorre, por exemplo, entre amostras em uma correia, com 1 metro de distância entre si.

3.2.9 Erro de flutuação de heterogeneidade 2 (grande escala não periódica)

O HFE2 é a variabilidade de grande escala não periódica, gerada por variações no processo, como a alimentação da correia por uma unidade geológica com variação de composição. É um erro não aleatório, que pode ser reduzido com o aumento da frequência de amostragem. Através de análises de variogramas, resultantes de uma amostragem em tempos curtos, é possível otimizar os intervalos de corte e o número de incrementos que irão compor as amostras, bem como calcular o erro total de amostragem (SPANGENBERG, 2012).

3.2.10 Erro de flutuação de heterogeneidade 3 (grande escala periódica)

O HFE3 é a variabilidade de grande escala periódica, gerada pela heterogeneidade periódica que afeta os lotes de uma dimensão. Os ciclos não são aleatórios e tendem a ser contínuos. Também é definido pelos geoestatísticos como segregação de grande escala ou regionalização. A partir de incrementos coletados em diferentes intervalos em um fluxo unidimensional, como uma correia, é possível construir um variograma com base no tempo ou cronovariograma. O valor do cronovariograma atinge um patamar ou seu alcance máximo, no qual as amostras já não apresentam correlação (PITARD, 1993).

3.2.11 Erro analítico

O erro analítico não faz parte do erro total de amostragem. O AE está associado ao último estágio do processo de amostragem, quando a amostra chega ao laboratório químico. Existem várias fontes que podem influenciar o resultado final, como temperatura de secagem, técnicas de dissolução, contaminação ou perdas. O procedimento analítico utilizado pode não ser o mais compatível com a amostra e gerar resultados insatisfatórios, seja pelo limite de detecção, seja pela massa analisada (SPANGENBERG, 2012).

3.3 A fórmula do erro fundamental de amostragem

Na seção 3.2.2, descreveu-se brevemente o erro fundamental de amostragem. No entanto, assim como para o cálculo da heterogeneidade constitucional, é necessário demonstrar a evolução matemática e suas aproximações para obter a fórmula do FSE.

A variância da fórmula do FSE, também conhecida como “fórmula de Gy”, pode ser definida por:

$$s^2(FSE) = \frac{1 - P}{P \cdot N_F} \cdot CH_L \quad (26)$$

Substituindo-se CH_L pela equação (3):

$$s^2(FSE) = \frac{1 - P}{P \cdot N_F} \cdot N_F \cdot \sum_i \left[\frac{(a_i - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_i^2}{M_L^2} \right] \quad (27)$$

Ao se eliminar o fator N_F e retirar do somatório M_L , tem-se a equação:

$$s^2(FSE) = \frac{1 - P}{P \cdot M_L} \cdot \sum_i \left[\frac{(a_i - a_L)^2}{a_L^2} \cdot \frac{M_i^2}{M_L} \right] \quad (28)$$

Onde o somatório é equivalente à equação (4) e, portanto, a equação (28) também pode ser representada por:

$$s^2(FSE) = \frac{1 - P}{P \cdot M_L} \cdot IH_L \quad (29)$$

Onde IH_L é o fator constante de heterogeneidade constitucional ou heterogeneidade intrínseca do lote. Sendo P definido como a probabilidade de seleção da amostra, que deve manter-se constante quando os fragmentos da amostra são coletados um a um aleatoriamente. Esta probabilidade é dada pela equação:

$$M_s = P M_L \quad (30)$$

Ao se substituir a equação (30) no primeiro fator da equação (29), tem-se a fórmula do erro fundamental, que é definida por:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] \cdot IH_L \quad (31)$$

Baseado na equação (31), Gy realizou algumas aproximações empíricas para caracterizar a fórmula (25). A primeira aproximação é que existe uma relação direta entre o conteúdo de interesse no fragmento e sua densidade, enquanto a relação entre o conteúdo de interesse e o tamanho do fragmento nem sempre é importante. Dessa forma, todos os cálculos são baseados em frações de tamanho e densidade $L_{\alpha\beta}$ do lote L, e cada fragmento de $L_{\alpha\beta}$ pode ser caracterizado por:

$$v_\alpha = f_\alpha d_\alpha^3 \quad (32)$$

Onde o volume (v_α) é o produto do fator forma (f_α) e do cubo da abertura da peneira que retém 5% dos fragmentos em massa (d_α). A massa ($M_{F\alpha\beta}$) é o produto da densidade (λ_β) pelo volume (v_α), e o teor de interesse é $a_{\alpha\beta}$.

Assim, a equação do IH_L pode ser reescrita da seguinte forma:

$$IH_L = \sum_{\alpha} v_{\alpha} \sum_{\beta} \lambda_{\beta} \frac{(a_{\alpha\beta} - a_L)^2}{a_L^2} \frac{M_{L\alpha\beta}}{M_L} \quad (33)$$

Como o cálculo é mais influenciado pela variabilidade do volume dos fragmentos do que pela variabilidade das suas densidades, é realizada a simplificação, que considera somente o maior fragmento do lote (PITARD, 1993).

$$IH_L = \frac{v_{\alpha}}{a_{\alpha} M_{\alpha}} \sum_{\beta} \lambda_{\beta} (a_{\alpha\beta} - a_L)^2 M_{L\alpha\beta} \quad (34)$$

Pitard (1993) propõe duas hipóteses para a simplificação da equação (34): (1) que o conteúdo de interesse varia mais entre diferentes densidades do que entre diferentes

granulometrias; assim, todos os valores de $a_{\alpha\beta}$ podem ser substituídos pela média do conteúdo de interesse a_β da fração de densidade L_β ; (2) observações empíricas demonstram que a proporção ($M_{L\alpha\beta}/M_{L\beta}$) varia pouco de uma faixa de densidade para outra; desse modo, assume-se que essa proporção pode ser substituída por sua média ($M_{L\alpha}/M_L$). Ao substituírmos essa proporção na equação (33) e separarmos os termos α e β , temos:

$$IH_L = \left(\sum_{\alpha} v_{\alpha} \frac{M_{L\alpha}}{M_L} \right) \left(\sum_{\beta} \lambda_{\beta} \frac{(a_{\alpha\beta} - a_L)^2}{a_L^2} \frac{M_{L\alpha\beta}}{M_L} \right) \quad (35)$$

Para uma abordagem mais clara, o primeiro fator, relativo às frações granulométricas, é chamado de X , e o segundo, relativo às classes de densidade correspondentes a cada fração granulométrica, é chamado de Y . Reescrevendo-se a equação (35), tem-se:

$$IH_L = XY \quad (36)$$

Para a definição de X , é necessário saber o volume v_{α} na fração L_{α} . Conforme a equação (32), deve-se estimar o fator forma para obter o volume correto.

O fator forma das partículas (f) refere-se às partículas sólidas, e não à geometria do mineral. O valor de f é 0,1 para partículas lamelares; 0,2 para fragmentos maleáveis como o ouro, que pode ser achatado mecanicamente; 0,5 para partículas esféricas, e 1 para partículas cúbicas (Figura 2). Minerais aciculares, como turmalina, asbestos e serpentina, têm o fator forma maior que 1, podendo atingir 10. Esse fator é uma correção para o produto fd^3 , supondo-se que os fragmentos não sejam cubos perfeitos (PITARD, 1993).

Figura 2 – Estimativa do fator forma das partículas

Fonte: Minkinen (2004).

Com isso, o fator X da equação (36) pode ser reescrito como:

$$X = \sum_{\alpha} f_{\alpha} d_{\alpha}^3 \frac{M_{L\alpha}}{M_L} \quad (37)$$

Como X é ponderado pela proporção ($M_{L\alpha}/M_L$) das frações granulométricas de L_{α} , define-se o fator granulométrico (g), que corrige a diferença de tamanho entre os fragmentos:

$$X = f d^3 g \quad (38)$$

O fator granulométrico (g) depende da distribuição granulométrica das partículas. O valor de g para amplas distribuições granulométricas, como produtos de um britador de mandíbulas, é de 0,25; para materiais calibrados, peneirados entre duas malhas consecutivas, o valor de g é 0,55; para materiais naturalmente calibrados, como grãos, g vale 0,75; partículas de tamanho uniforme têm g igual a 1 (PITARD, 1993).

O segundo fator da equação (36), Y , refere-se à soma de todas as classes de densidade. Em materiais perfeitamente homogêneos, essa soma é nula. Y é máximo quando o constituinte de interesse está liberado e, portanto, existem duas classes de densidade, uma composta unicamente pelo mineral de interesse, e outra unicamente por minerais de ganga. Dessa forma, L_M é a classe de densidade que contém o mineral puro, e λ_M , sua densidade. Já L_G é a classe de densidade dos minerais de ganga, e λ_G , sua densidade. Com isso, $a_M = 1$, $a_G = 0$ e ($M_L/M_G = a_L$). Ao substituirmos essas inferências, temos:

$$Y_{max} = c = \lambda_M \frac{(1 - a_L)^2}{a_L} + \lambda_G (1 - a_L) \quad (39)$$

Onde, por definição, Y_{max} é o fator mineralógico c , e a equação (39) deve ser utilizada caso o elemento de interesse esteja disperso em diferentes minerais. No entanto, de acordo com Pitard (1993), a equação (39) pode ser simplificada para:

$$c = \frac{\lambda_M}{a_L} \quad (40)$$

Quando $a_L < 0,1$, que é um caso comum para elementos traços.

E simplificada para:

$$c = \lambda_G(1 - a_L) \quad (41)$$

Quando $a_L > 0,9$, valor geralmente encontrado para concentrados.

Pode-se afirmar que Y é um valor entre 0 e c , que, por sua vez, depende unicamente da liberação do constituinte (l). Assim, Y pode ser definido como:

$$Y = cl \quad (42)$$

A liberação (l) pode variar de 0 a 1, sendo 0 para um material perfeitamente homogêneo, e 1 quando o constituinte de interesses estiver completamente liberado. Existem duas formas de calcular o fator de liberação: pela abordagem de heterogeneidade constitucional ou pela abordagem de tamanho de liberação (PITARD, 1993), sendo a última mais comum na engenharia de processo.

O fator de liberação (l) pode ser estimado em função do diâmetro de liberação (d_l) (Figura 3). Quando o diâmetro do material d é menor que d_l , todo constituinte de interesse encontra-se liberado e $l = 1$. No entanto, para granulometrias mais grossas ($d > d_l$), o fator de liberação é estimado por:

$$l = \left(\frac{d_l}{d}\right)^x \quad (43)$$

Onde x é um fator que pode ser estimado pelo mineralogista, analisando-se várias seções polidas do material (CHIEREGATI; PITARD, 2012). Não havendo estimativa de x , usa-se $x = 0,5$.

Figura 3 – Relação entre o diâmetro do material e o diâmetro de liberação

Fonte: modificado Minkinen (2004).

De posse de todas as definições supracitadas, ao se fazerem as devidas substituições na equação (36), tem-se a fórmula de Gy, ou seja, a equação (25). A dificuldade de estimar o fator de liberação fez com que Pitard (1993) e François-Bongarçon (1993) sugerissem uma forma de estimar experimentalmente o IH_L . A equação (8) foi, então, apresentada como:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] \cdot K d^\alpha \quad (44)$$

E

$$K = f \cdot g \cdot c \cdot (d_l)^{3-\alpha} \quad (45)$$

Onde o termo K é o produto de c , d_l , f e g . O expoente α é o valor ao qual o *top-size* da partícula será elevado. Quando a massa do lote é muito maior que a massa da amostra, o termo $(1/M_L)$ pode se tornar desprezível, e a equação do erro fundamental é apresentada na forma simplificada:

$$s^2(FSE) = \frac{K d^\alpha}{M_s} \quad (46)$$

É importante ressaltar que as constantes K e α devem ser calibradas para cada tipo de minério ou domínio geológico (PITARD, 2004).

3.3.1 Teste de heterogeneidade

O teste proposto por Pitard (1993, 2004) é uma alteração do protocolo de estimativa IH_L sugerido por Gy. O protocolo baseia-se no procedimento de análise do elemento de interesse, de forma que as granulometrias utilizadas no teste são compatíveis com as de coleta, britagem e pulverização. A massa inicial adotada para minérios de ouro é de 300 a 340 kg (MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010; PITARD, 2004).

Sugerem-se no mínimo quatro faixas granulométricas para a análise, e o número de fragmentos selecionados em cada faixa deve ser associado ao tamanho das partículas de interesse e ao teor esperado. Para possibilitar a coleta à mão, é necessário que o material seja classificado entre duas peneiras e represente uma faixa granulométrica estreita.

O número de fragmentos (n) presentes em cada fração granulométrica deve ser maior que dez vezes o número de grupos coletados (p), multiplicado pelo número de fragmentos (Q) coletados por grupo.

$$n > 10Qp \quad (47)$$

O protocolo de coleta dos fragmentos segue as boas práticas da TOS, segundo as quais cada fragmento é selecionado um a um, aleatoriamente, de uma superfície plana, na qual todos os fragmentos têm chance igual de ser selecionados. Ao respeitar essa condição, o GSE é nulo. A análise química é feita em toda a massa da amostra para não inserir variâncias devido aos processos de subamostragem, restringindo apenas a influência do erro analítico (PITARD, 2004).

A estimativa do IH_L baseia-se na equação (35). Visto que, após o protocolo, as massas e os volumes são relativamente constantes, utilizam-se a massa média e volume médio. A equação (35) pode ser simplificada para:

$$Est. IH_L = g \sum_i \frac{(a_i - a_L)^2 M_s^2}{a_L M_L} \quad (48)$$

Onde g é o fator granulométrico, a_i é o teor da amostra, M_s é a massa da amostra, a_L é o teor médio do lote, e M_L , a massa média do lote.

Os resultados obtidos para cada granulometria são plotados em um gráfico di-log com o eixo das abscissas representado pelo *top-size* (d_n), e o eixo das ordenadas, pela estimativa do IH_L . Através da linha de tendência de potência dos pontos, são estimados os fatores K e α . É possível verificar se a estimativa de K é razoável pela substituição de seu valor na equação (45) ao se realizar o cálculo da granulação ou o diâmetro de liberação da partícula de interesse. O resultado gerado não deve ser distante da realidade observada pelos geólogos (FRANÇOIS-BONGARÇON; GY, 2002; MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010).

3.3.2 Teste da árvore

Outra forma de calibrar as constantes K e α é o experimento conhecido como “teste da árvore” ou “análise da série de duplicatas”, proposto por François-Bongarçon (1993). Esse procedimento difere do teste de heterogeneidade em vários aspectos, tais como massa, coleta,

análise química e tipos de erros gerados. A necessidade de realizar calibração requer que o FSE seja isolado de todos os outros erros. No entanto, a variância do resultado do teste da árvore é o somatório de todas as variâncias durante o processo (GSE, IDE, IEE, IWE, IPE, AE) (PITARD, 2004). Apesar da influência de outras variáveis além do FSE, o experimento se assemelha aos protocolos de análises rotineiros.

A primeira diferença na metodologia é a utilização de uma massa inicial menor, entre 30 e 40 kg, que deve representar uma unidade geológica ou mineralização. Todo material é britado abaixo de 20 mm, e as amostras são coletadas através de divisões binárias. Após a seleção de 32 amostras, o restante do material é recombinado e cominuído novamente. O produto é quarteado para a seleção de outras 32 amostras, e o procedimento se repete até a formação de quatro grupos de 32 amostras. As granulometrias de cada grupo devem ser aproximadamente as granulometrias dos processos de subamostragem utilizados (FRANÇOIS-BONGARÇON, 1993).

Em cada grupo, 30 amostras são analisadas por *fire assay*, e duas amostras são selecionadas para análise granulométrica.

Para que os termos K e α sejam estimados através dos dados experimentais, a equação (46) deve ser modificada. Ao se utilizar a escala logarítmica, representa-se a equação de uma reta ($y = mx + z$), na qual é correlacionado o produto entre a variância e a massa média do grupo de amostra com o seu *top-size*. Dessa forma, y é $\ln(s_{FSE}^2 \cdot M_i)$, a inclinação da reta (m) é α , a variável x é $\ln(d)$, e o ponto da reta que cruza o eixo das ordenadas (z) é $\ln(K)$. A equação é então escrita como:

$$\ln(s_{FSE}^2 \cdot M_i) = \alpha \cdot \ln(d) + \ln(K) \quad (49)$$

Os resultados de cada grupo são plotados em um gráfico cartesiano, com o eixo das abscissas representado por $\ln(d)$, e o eixo das ordenadas, por $\ln(s_{FSE}^2 \cdot M_i)$. Pela regressão linear dos pontos, são estimados os fatores K e α . Também é possível verificar a fidedignidade da estimativa de K através da substituição de seu valor na equação (46) e o cálculo da granulação da partícula de interesse. Sugere-se que os valores encontrados para a granulação do elemento de interesse e a observada nas descrições geológicas/mineralógicas não devem diferir em ordens de grandeza (FRANÇOIS-BONGARÇON; GY, 2002; MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010).

3.3.3 Estimativa do FSE baseado em informações mineralógicas

Pitard (2015) enfatiza que a “fórmula de Gy” para estimar a variância do FSE pode ser modificada quando há liberação de aglomerados (*clusters*) de ouro ou dos grãos maiores de ouro, tornando-se fatores dominantes ao *top-size*. Nesse cenário, o fator d é o valor obtido nas descrições mineralógicas, representado como d_{Au} :

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] \frac{f_{Au} g_{Au} \rho_{Au}}{a_L} d_{Au}^3 \quad (50)$$

Onde os fatores forma, distribuição granulométrica e densidade são relativos ao ouro. Desse modo, f é 0,2, g é 0,25 e ρ_{Au} é 16 g/cm³ (pelo fato de o ouro associar-se com a prata ou outros metais) (PITARD, 2004). A variável a_L é o teor médio do lote. Segundo Pitard (2015), as informações de tamanho de partícula ou *cluster*, geradas na descrição de testemunhos de sondagem e nas descrições de lâminas petrográficas, substituem o d_{Au} . Portanto, quando o *cluster* é o fator dominante, ou seja, a granulometria do lote é menor que seu valor, o diâmetro desse aglomerado define d_{Au} . Quando não são identificados *clusters*, a partir da liberação do maior grão descrito, utiliza-se o tamanho da maior partícula como d_{Au} , independentemente da redução em granulometria do lote (Figura 4).

Figura 4 – Representação do diâmetro equivalente de partículas de ouro em *cluster*:
a) diâmetro d_{95} das partículas de ouro quando não formam *clusters*;
b) diâmetro de um cubo equivalente ao tamanho dos *clusters*

Fonte: Pitard (2009).

3.4 Métodos analíticos para ouro

Em depósitos de ouro, uma das grandes dificuldades é lidar com o efeito pepita (seção 3.2.1). O ouro raramente está disseminado nas rochas; sua localização é errática e frequentemente se encontra na forma de grãos grossos ou de um conjunto de grãos em *clusters* (PITARD, 2007). No entanto, o problema não é resolvido apenas quando se encontra o ouro. É necessário utilizar os métodos corretos de amostragem para garantir a incerteza mínima no resultado.

Pitard (1993) e a atualização de Pitard e Stevens (2011) sugerem diferentes métodos analíticos para cada granulometria do ouro, que resumidamente são os seguintes:

- a) *fire assay*: utilizado para partículas de ouro menores que 80 μm . Usualmente, a amostra pulverizada tem entre 80 e 95% da sua massa menor que 75 μm , e a massa selecionada para a fusão pode variar de 30 a 50 g;
- b) *screen fire assay*: utilizado para partículas de ouro entre 80 e 200 μm , ou seja, partículas que são visualizadas a olho nu. A amostra selecionada, usualmente de 1000 g, deve ter 95% da sua massa pulverizada menor que 106 μm . Após o peneiramento do material, a fração retida em 106 μm formará uma única amostra, e da fração passante poderá ser retirada uma ou duas alíquotas de 30 a 50 g para compor a amostra. O resultado é a média ponderada das frações retida e passante;
- c) concentração gravimétrica: utilizada para partículas de ouro de 200 a 1000 μm . Amostras com grandes massas, de 10 a 15 kg, devem ser britadas e pulverizadas até atingirem 95% da sua massa menor que 150 μm , para então passarem por um concentrador centrífugo. O material concentrado e uma alíquota do rejeito são analisados por *fire assay*, e a média ponderada do resultado é o teor final da amostra;
- d) lixiviação com cianeto: utilizada para partículas maiores que 200 μm . A massa utilizada costuma ser maior que 500 g, e é necessário saber, primeiramente, se há na amostra presença de carbono que possa adsorver o ouro. As amostras são pulverizadas até atingirem 95% da sua massa menor que 106 μm , para então serem cianetadas. O teor final é a soma do teor da solução rica em ouro cianetável e do ouro no rejeito, determinado por *fire assay*, em uma alíquota de 30 g.

3.5 Mina Lamego

O depósito Lamego é uma operação de lavra subterrânea da AngloGold Ashanti Córrego do Sítio Mineração (AGA), que entrou em produção em 2009 e já produziu cerca de 370 mil onças. Está inserida na unidade de negócio Cuiabá-Lamego, sendo Cuiabá um depósito de expressão mundial, de alto teor, explotado desde os anos 1980.

3.5.1 Geologia local

Lamego tem quatro corpos mineralizados: Carruagem, Arco da Velha, Cabeça de Pedra e Queimada (Figura 5). O ouro encontra-se distribuído em uma dobra quilométrica (dobra Lamego), com mergulho suave para sudeste (20°) de rochas arqueanas do Supergrupo Rio das Velhas, associado à alteração hidrotermal no quartzo fumê (MCH) e na formação ferrífera bandada (BIF) (MARTINS, 2011).

Figura 5 – Imagem de satélite sobreposta com a dobra Lamego e seus corpos mineralizados. A produção ocorre nos corpos vermelhos.

Fonte: arquivo pessoal do autor.

Apesar da extensão da dobra Lamego, somente três corpos são explotados atualmente, e cerca de 80% da reserva encontra-se na unidade MCH. O teor médio do MCH e da BIF são, respectivamente, 7,0 g/t e 2,5 g/t. O corpo Carruagem é o que apresenta maior concentração de MCH e, portanto, o maior teor.

No MCH, o ouro é livre e visível em alguns casos; pode ser nativo ou em liga com a prata (Figura 6a). Já na BIF, o ouro se apresenta associado aos sulfetos (pirita, pirrotita, arsenopirita) e raramente livre de granulação fina (Figura 6b) (MARTINS, 2011).

Figura 6

- Concentrado gravimétrico do MCH, contendo ouro (Au), galena (Gal), arsenopirita (Apy) e outros sulfetos, no microscópio eletrônico
- Seção delgada polida da BIF, contendo Au incluído na Apy, presença de pirita (Py) e mica branca (Mbr)

Fonte: a) arquivo pessoal do autor; b) Martins (2011).

3.5.2 Lavra

Os métodos de lavra usados na mina Lamego são corte e aterro e *open stoping*. O corte e aterro é comumente utilizado para corpos delgados com baixa inclinação (Figura 7)¹. Os pontos positivos desse método são o controle de diluição e seletividade e a compatibilidade com métodos mecânicos de preenchimento. No entanto, há algumas desvantagens,

- intensa mão-de-obra para realizar o suporte geomecânico;
- ventilação;
- velocidade de lavra (WHITE, 1996).

¹ Relatório interno da AGA, referente ao estudo de viabilidade do empreendimento.

Figura 7 – Exemplo de sequência de lavra do tipo corte e aterro:

- 1) dimensões de altura, largura, estéril e minério;
- 2) perfuração para corte e contenção;
- 3) detonação seletiva do minério;
- 4) preenchimento da galeria e início do novo ciclo.

Fonte: relatório interno AGA.

Figura 8 – Exemplo de sequenciamento de lavra pelo método *open stopping*

Fonte: relatório interno AGA.

No corpo Carruagem, a lavra se iniciou como corte e aterro e, com a adição de informação de sondagem, migrou para um método híbrido de corte e aterro com câmaras e pilares. Por fim, foi escolhido o método *open stoping*, que é uma variável da escavação do tipo *sublevel mining*. É utilizado em corpos com maior espessura ou com alto caimento (maior que 45°). É também uma alternativa que apresenta maior rapidez de lavra, na qual os avanços das detonações podem chegar a 18 metros. Ao contrário do corte e aterro, não é uma lavra seletiva, sendo necessário realizar diluições planejadas para adequar o corpo ao desenho requerido à lavra (Figura 8).

3.5.3 Controles de amostragem

As campanhas de sondagem podem ser empregadas em três etapas do empreendimento mineiro: conversão de recursos, conversão de reserva e controle de teor (*grade control*). A conversão de recursos consta da sondagem em malha 40 m × 40 m; a conversão de reservas, da sondagem em malha 20 m × 20 m; e o controle de teor, daquela em malha 12,5 m × 12,5 m.

Os testemunhos de sondagem são transportados para o galpão da petrografia, onde são descritos pelos geólogos e amostrados. As amostras são enviadas em sua totalidade, têm comprimento médio de 80 cm e pesam em média 2,5 kg.

Após o desenvolvimento das galerias, é realizada a “amostragem de canal” de 3 em 3 metros, na qual fragmentos de rocha são coletados perpendicularmente ao bandamento ou à foliação, e a área de coleta representa um segmento de reta (Figura 9). A amostragem é realizada utilizando-se marreta de 2 kg e ponteira de vídia ou hastes com pontas de vídia. Cada amostra tem aproximadamente 80 cm de comprimento e pesa em média 2,5 kg. A coleta não segue as regras da TOS devido às características da rocha e ao equipamento disponível. Entende-se que essa coleta gere erros de delimitação, extração e ponderação. De acordo com a TOS, os altos desvios nesse processo não suportam a definição de amostra. Por isso, é uma medida cujo valor não deve ser extrapolado.

Figura 9 – Amostragem com uso de haste

Fonte: arquivo pessoal do autor.

Tanto as amostras de testemunho de sondagem quanto as de canais são enviadas para o laboratório interno da AGA. O procedimento no laboratório consta das seguintes etapas:

- 1) secagem da amostra a 110 °C;
- 2) britagem do material 90% menor que 2,0 mm;
- 3) redução da massa da amostra primária para 500 g, com a utilização de um divisor *Jones*;
- 4) pulverização em um moinho de panelas na granulometria 80% menor que 75 µm;
- 5) seleção de uma alíquota de 30 g (com uso de espátula) para análise de *fire assay*, com determinação do teor por espectroscopia de absorção atômica (*atomic absorption spectroscopy* – AAS) ou por gravimetria. O material não selecionado na etapa 3 de redução de massa é denominado “resíduo britado” e pode ser aquivado para análises posteriores.

Os resultados históricos das análises químicas apontam que o MCH tem teor médio de 5,42 g/t, mediana de 0,94 g/t e coeficiente de variação de 3,61. A distribuição de teores é apresentada no gráfico de barras e de frequência absoluta da Figura 10.

Figura 10 – Gráfico de barras e de frequência absoluta acumulada dos resultados de teor de ouro no MCH

Fonte: dados da pesquisa.

A estimativa de teores *in situ* é realizada por modelos 3d, e utiliza-se a *krigagem* ordinária como método de interpolação com as amostras de testemunho de sondagem e de canais, separadas por litologia BIF e MCH. A lavra é desenhada sobre o modelo estimado, e são adicionados parâmetros de diluição planejada, diluição não planejada e perdas, dos quais se obtém o teor planejado. O material desmontado é transportado para fora da mina, passa por uma etapa de britagem e é conduzido para a mina Cuiabá, onde, misturado com o minério de Cuiabá, segue o processo de beneficiamento.

Atualmente, não há uma etapa de amostragem após a detonação e o transporte de minério para apontamento de teor das minas Cuiabá e Lamego, separadamente. O primeiro amostrador da alimentação da usina está localizado após as etapas de britagem, antes da moagem, na qual os minérios já estão misturados. A etapa de amostragem consta de três amostras diárias, uma por turno de oito horas, e cada amostra é composta por incrementos retirados a cada 15 minutos do fluxo.

O teor de Cuiabá é gerado matematicamente pela diferença entre o teor e a tonelagem de Lamego e do resultado da amostra de alimentação, de acordo com a equação (51). O teor de Lamego é informado de acordo com o teor planejado, sem correções após a detonação e o transporte.

$$teor\ Cuiaba = \frac{[(massa \cdot teor)_{alimentação} - (massa \cdot teor)_{Lamego}]}{Massa\ Cuiaba} \quad (51)$$

4 METODOLOGIA

Para a realização dos testes, foram coletadas as alíquotas restantes dos testemunhos de sondagem, descritas como quartzo fumê, e da rocha *in situ* na dobra do corpo Carruagem no subsolo. A origem das amostras difere em cota, testemunhos do nível 5, coleta *in situ* dos níveis 6.1 e 7 e descrições dos testemunhos dos níveis 8.1, 8 e 9.1, mas representam o mesmo litotipo.

A coleta do resíduo dos testemunhos representou a mineralização em toda a sua continuidade, ambos os flancos e a charneira da dobra no nível 5, aproximadamente 250 metros (Figura 11). A campanha de sondagem foi realizada pela equipe da AGA, com as sondas Diamec U6 e 252, com diâmetro de testemunho entre 35 e 36,5 mm, tendo sido realizados 1.915 metros de sondagem, o que gerou 537 amostras de MCH.

Figura 11 – Mapa em planta da campanha de sondagem, realizada no corpo Carruagem nível 5

Fonte: arquivo pessoal do autor.

A coleta *in situ* representou áreas de alto e baixo teor. A área de alto teor continha parte do flanco invertido e a charneira do corpo no nível 7.1, de onde foram coletadas amostras em aproximadamente 60 metros do *strike* da rocha, gerando uma massa aproximada de 500 kg. A área de baixo teor, no nível 6.1, abrangeu uma pequena parte do encontro da charneira da dobra

com o flanco invertido de aproximadamente 20 metros, gerando mais 150 kg de amostra. Essas coletas foram realizadas com marreta de 2 kg e ponteira de vídia ou com haste com ponteira de vídia. Como a mineralização tem espessura de até 8 metros, a coleta foi realizada aleatoriamente em toda a galeria.

As análises de seções delgadas polidas foram realizadas em testemunhos de sondagem, nos níveis 8.1, 8 e 9.1, que continham ouro visível, e em concentrados gravimétricos do quartzo fumê a partir das amostras que restaram do teste da árvore geral.

4.1 Teste de heterogeneidade

O material coletado *in situ* no nível 7.1 (500 kg) foi britado abaixo de 20 mm, com a utilização de um britador de mandíbulas Brasmax 20×15 (Brastorno), seguindo o protocolo proposto por Pitard (2004). A amostra britada foi classificada em cinco faixas granulométricas, em peneiras vibratórias (Granulotest), de acordo com a Tabela 1, sendo que os fragmentos menores que 3,5 mm não participaram do teste.

Tabela 1 – Composição dos grupos para o teste de heterogeneidade

Grupo	Número de fragmentos	Número de amostras	Peneiras (mm)		Massa média (g)
A	100	100	-19,0	+12,5	430,2
B	100	50	-12,5	+9,5	237,7
C	100	50	-9,5	+6,35	95,4
D	280	50	-6,35	+4,76	83,1
E	420	50	-4,76	+3,5	51,0

Fonte: dados da pesquisa.

A coleta foi realizada aleatoriamente, em uma superfície plana, onde os fragmentos não se sobrepunham e eram retirados um a um (Tabela 1). Para manter a aleatoriedade, foi utilizada uma amostragem aleatória estratificada, na qual se desenhou uma grade quadrada, e em cada quadrado foi feita a coleta de um fragmento. Assim, para os grupos A, B e C, cada fragmento foi retirado de um quadrado de 30 cm × 30 cm (Figura 12); para o grupo D foram retirados de quadrados de 15 cm × 15 cm; e para o grupo E, de quadrados de 10 cm × 10 cm.

Figura 12 – Disposição dos fragmentos da maior fração

Fonte: arquivo pessoal do autor.

De cada grupo de amostras, foram selecionadas aleatoriamente 10% para a análise granulométrica (dez do grupo A e cinco dos demais grupos), com o objetivo de identificar o *top-size* de cada grupo.

Por terem a maior massa, as amostras restantes do grupo A seguiram um protocolo diferente. Toda a massa foi pulverizada a 85% passante em 106 μm em um moinho de panela (ESSA). O material pulverizado foi analisado com lixiviação por cianeto com LeachWELL™, e uma alíquota de 30 g do resíduo foi determinada por *fire assay* (AAS), para compor o teor de ouro total da amostra.

Cada amostra dos grupos B, C, D e E foi pulverizada a 85% da massa menor que 75 μm , em um moinho de panela (ESSA), e analisada em sua totalidade. As alíquotas para o *fire assay* (AAS) foram de 50 g, e a determinação do teor final de cada amostra foi feita através da média ponderada dos ensaios.

4.2 Teste da árvore

O teste da árvore foi executado em duas diferentes situações, uma com as amostras de testemunhos de sondagem, que representavam toda a unidade geológica do MCH, e outra com foco em um local de baixo teor (coleta *in situ*). Para melhor identificação, o primeiro teste será identificado como “teste da árvore geral”, e o segundo, como “teste da árvore local”.

4.2.1 Teste da árvore geral

Todos os resíduos dos testemunhos de sondagem compuseram uma amostra que foi britada abaixo de 20 mm, com um britador de mandíbulas Brasmax 20×15 (Brastorno). O material passou por uma classificação com o uso de uma peneira vibratória (Granulotest). A amostra classificada foi dividida em um divisor *Jones* (Dialmática), com 12 calhas de 65 mm de abertura, para homogeneização (Figura 13). Dessa massa, foram selecionados 50 kg para a realização do teste da árvore geral.

Figura 13 – Divisor *Jones*

Fonte: arquivo pessoal do autor.

Como a amostra inicial encontrava-se 100% menor que 19 mm, a primeira etapa foi a divisão por divisor *Jones* de toda a massa em 128 subamostras de forma binária (Figura 14). Cada uma das subamostras foi pesada, e delas foram selecionadas 32 amostras aleatoriamente.

Figura 14 – Árvore para a divisão binária de 128 amostras

Fonte: modificado Minnitt, Rice, Spangenberg (2007).

As 96 amostras restantes foram recombinadas e, para a redução granulométrica, cominuídas em um britador de mandíbulas Brasmax 20×15 (Brastorno). Em seguida, foram novamente divididas em divisor *Jones* em 128 subamostras de forma binária. Todas foram pesadas, e 32 foram selecionadas aleatoriamente.

O processo descrito de britagem, divisão, pesagem e seleção foi repetido mais duas vezes, totalizando quatro grupos de 32 amostras cada um. De cada grupo, foram selecionadas aleatoriamente duas amostras para análise granulométrica, com o objetivo de identificar o *top-size* de cada fração.

As amostras enviadas para análise química foram pulverizadas a 85% da massa passante em 75 µm, em um moinho de panela (ESSA). A seleção da alíquota analítica foi realizada com uma espátula, com a coleta de diversos incrementos, para gerar uma alíquota de 50 g, que foi analisada por *fire assay* (AAS).

4.2.2 Teste da árvore local

Após a coleta *in situ* da massa para o teste (150 kg), a amostra seguiu o protocolo de cominuição, peneiramento e coleta, citado no teste da árvore geral. Foram gerados quatro grupos com 32 amostras, dos quais duas foram selecionadas para análise granulométrica, e as 30 restantes, enviadas para análise química (Figura 15). Entretanto, o método de análise utilizado foi a lixiviação. Assim, toda a massa foi pulverizada a 85% passante em 106 μm , em um moinho de panela (ESSA). O material pulverizado foi analisado com lixiviação por cianeto com LeachWELL™, e uma alíquota de 30 g do resíduo foi determinada por *fire assay* (AAS), para compor o teor de ouro total da amostra.

Figura 15 – Amostras selecionadas para o primeiro grupo

Fonte: arquivo pessoal do autor.

4.3 Descrição de testemunhos

Para gerar as informações do tamanho de *cluster* e da granulação do ouro, as descrições de sondagem foram modificadas, e os geólogos e técnicos foram treinados para encontrar, quantificar e classificar o ouro quanto às associações com outros minerais, veios e estruturas geológicas.

O protocolo de descrição foi iniciado em janeiro de 2016, seguindo estas etapas: umedecer um pequeno intervalo (25 cm) do testemunho com pincel; utilizar lupa de mão para observar todo o testemunho; caso seja encontrado um grão de ouro, checar à luz do sol, amassar o grão com o canivete; utilizar o ábaco com os tamanhos de partículas (100 a 2000 μm) para medir o tamanho dos grãos; contar o número de grãos; descrever a proximidade de minerais, veios ou estrutura geológica. Essas informações foram gravadas no banco de dados com a descrição de todo o furo.

Paralelamente ao banco de dados central, foi criada uma etiqueta para cada intervalo com ouro livre, na qual o geólogo quantificava as partículas de ouro, desenhava a mineralização e as estruturas observadas e, por fim, fotografava (Figura 16).

Figura 16 – Etiqueta de quantificação de grãos de ouro e características do intervalo

Ficha de Quantificação de Au	
Furo: <u>LEOP 2068</u>	
De: <u>123,30</u>	Até: <u>123,33</u>
Quantidade:	Tamanho:
<u>10</u>	<u>400 μm</u>
<u>7</u>	<u>100 μm</u>
<u>6</u>	<u>< 50 μm</u>

Fonte: arquivo pessoal do autor.

A estimativa do FSE é realizada com a substituição dos valores encontrados para o agrupamento ou da maior partícula de ouro na equação (50), quando eles se tornam dominantes na fração granulométrica amostrada.

4.3.1 Informações mineralógicas

Para auxiliar a caracterização dos grãos de ouro, foram realizadas seções delgadas polidas dos testemunhos mineralizados e concentração gravimétrica do material residual do teste da árvore geral.

As seções delgadas polidas foram descritas em microscópio óptico e depois avaliadas com o concentrado no microscópio eletrônico (FEG – Quanta 200 FEI) do Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais.

A concentração gravimétrica foi realizada no laboratório de geometurgia da AGA e utilizou 24 kg do MCH. Essa amostra foi pulverizada a 90% passante em 75 μm , em bateladas de 1 kg, em um moinho de rolos (Brastorno). O material pulverizado passou por um concentrador gravimétrico (Falcon, Concentrators Inc., Figura 17) em alíquotas de 2 kg (70% sólidos), e o concentrado foi reservado.

Figura 17 – Concentrador centrífugo de laboratório

Fonte: arquivo pessoal do autor.

O concentrado gerado pelo Falcon (2 kg) foi levado à concentração gravimétrica na mesa *superpanner* (sem marca), onde se concentraram 5 mg (Figura 18). Esse material foi levado ao microscópio eletrônico de varredura para definição da granulação do ouro.

Figura 18 – Mesa de concentração gravimétrica

Fonte: arquivo pessoal do autor.

5 RESULTADOS

Para estabelecer uma comparação abrangente em diferentes etapas do processo de granulometrias grossa a fina, foi criado um protocolo hipotético de amostragem e preparação de amostras, no qual o minério de Lamego seria amostrado antes de ser misturado com o de Cuiabá. Considerou-se que o minério transportado da mina seria amostrado após a britagem primária em uma torre de amostragem, para definição do teor diário. As etapas de amostragem, divisão de amostra e cominuição, bem como o d_{95} do material em cada etapa, são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Especificação das etapas do protocolo hipotético

Etapa	Massa inicial (kg)	Massa final (kg)	d_{95} (cm)
1. Amostragem primária	3000000	450000	25
2. Britagem	450000	450000	4,5
3. Divisão <i>Jones</i>	450000	500	4,5
4. Britagem no laboratório	500	500	0,2
5. Divisão no laboratório	500	3	0,2
6. Pulverização	3	3	0,0106
7. Amostra analítica	3	1	0,0106

Fonte: dados da pesquisa.

5.1 Teste de heterogeneidade

Todas as amostras dos grupos A, B, C, D e E foram analisadas para ouro, sendo que apenas para o grupo A o resultado final foi a composição do ouro livre lixiviável com o ouro do resíduo. Como 10% das amostras foram selecionadas para análise granulométrica, no grupo A foram reportados 90 teores de ouro total, e nos grupos B, C, D e E foram reportados 45 teores de ouro total (Apêndice 1). A Tabela 3 mostra os resultados para cada grupo.

Tabela 3 – Resultados para os grupos A, B, C, D e E do teste de heterogeneidade

Descrição	A	B	C	D	E
Massa média (g)	430,2	237,7	95,4	83,1	51,0
<i>Top-size</i> (cm)	1,87	1,25	0,95	0,76	0,47
Teor médio (g/t)	12,71	8,31	12,68	14,21	8,66
Teor máximo (g/t)	126,49	25,90	56,36	37,04	25,75
Teor mínimo (g/t)	2,63	2,62	2,16	4,61	2,94
Desvio-padrão	15,23	5,06	13,02	8,17	5,43
Fator granulométrico	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Est. IHL	16642	828	1255	309	226

Fonte: dados da pesquisa.

Observou-se que o grupo A apresentou valor destoante na estimativa do IHL , o que afetaria diretamente a linha de tendência. Como foram analisados cinco grupos, decidiu-se excluir o grupo A da estimativa do IHL . Depois de lançados no gráfico di-log (Figura 19) os dados de granulometria (d_{95}) e a estimativa do IHL dos grupos B, C, D e E, obteve-se a equação de regressão que define o IHL experimental, ou seja, a equação (48).

Figura 19 – Correlação entre a estimativa de IH_L e o *top-size* (d_{95})

Fonte: dados da pesquisa.

A equação de estimativa do IH_L gerada pelos dados é:

$$Est. IH_L = 735,18d^{1,627} \quad (52)$$

Ao se substituir essa nova equação na fórmula 31, obtém-se a equação:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] \cdot 735,18d^{1,627} \quad (53)$$

Como a equação (53) permite estimar a variância do FSE para qualquer granulometria, ela foi utilizada para calcular o desvio-padrão relativo do protocolo de amostragem hipotético, que foi de 19%. Cada etapa do protocolo está listada na Tabela 4. As duas etapas de divisão – 3 e 5 – geraram os maiores desvios, de 13%. Vale salientar que os valores de massa nas tabelas que se seguem estão expressos em kg, entretanto, para o cálculo das variâncias eles são expressos em g.

Tabela 4 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE, com uso dos parâmetros do teste de heterogeneidade

Etapa	Massa inicial (kg)	Massa final (kg)	d ₉₅ (cm)	IH _L	Var rel s ² (FSE)	Desvio rel s(FSE)
1. Amostragem primária	3000000	450000	25	138350,86	0,0003	2%
2. Britagem	450000	450000	4,5	8496,42	0,0000	0%
3. Divisão <i>Jones</i>	450000	500	4,5	8496,42	0,0170	13%
4. Britagem lab.	500	500	0,2	53,59	0,0000	0%
5. Divisão lab.	500	3	0,2	53,59	0,0178	13%
6. Pulverização	3	3	0,0106	0,45	0,0000	0%
7. Análise química	3	1	0,0106	0,45	0,0003	2%
TOTAL					0,0353	19%

Fonte: dados da pesquisa.

Para validar a constante estimada, o valor de 735,18 (*K*) foi substituído na equação (45), que o correlaciona com o produto dos fatores *c*, *l*, *f*, *g*, *d_i*. Assim, concluiu-se que o *top-size* do grão de ouro, baseado no experimento, é de 180 µm, valor similar aos valores reais do depósito.

5.2 Teste da árvore

5.2.1 Teste da árvore geral

Com o material representando toda a unidade de MCH, foram analisados quatro grupos de granulometrias distintas, com 30 amostras cada um (Apêndice 2). A estatística básica está resumida na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultados para os quatro grupos do teste da árvore geral

Descrição	A	B	C	D
Massa média (g)	292,0	223,0	160,3	116,0
<i>Top-size</i> (cm)	1,49	0,50	0,13	0,08
Teor médio (g/t)	6,84	8,78	9,30	9,18
Teor máximo (g/t)	14,65	13,85	13,35	13,75
Teor mínimo (g/t)	3,29	3,56	6,62	6,56
Desvio-padrão	2,51	2,59	1,59	1,68
Variância	6,32	6,69	2,54	2,84
Desvio-padrão relativo	0,3673	0,2947	0,1713	0,1833
Variância relativa	0,1349	0,0868	0,0293	0,0336
Variância analítica	0,0100	0,0100	0,0100	0,0100
Variância relativa corrigida	0,1249	0,0768	0,0193	0,0236
Variância normalizada	0,8549	0,6746	0,1798	0,2169
$\ln(s_{FSE}^2 \cdot M_i)$	5,520	5,013	3,361	3,225
$\ln(d)$	0,397	-0,690	-2,081	-2,574

Fonte: dados da pesquisa.

Ao plotar os dados dos quatro grupos no gráfico cartesiano e gerar a regressão linear (Figura 20), baseada na equação (49), temos que K e α são respectivamente 205 e 0,84.

Figura 20 – Correlação entre o produto da variância do FSE e a massa da amostra com o *top-size*

Fonte: dados da pesquisa.

Portanto, a equação de estimativa da variância do FSE é definida por:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] 205,08 d^{0,843} \quad (54)$$

Para estimar o protocolo hipotético, foram substituídas as massas inicial e final e o *top-size* de cada etapa e foi calculado o desvio-padrão relativo do protocolo (Tabela 6). O resultado final remete a uma variação de 15% relativa ao teor do lote.

Tabela 6 – Estimativa do desvio-padrão relativo do protocolo hipotético, com uso dos parâmetros K e α do teste da árvore geral

Etapa	Massa inicial (kg)	Massa final (kg)	d ₉₅ (cm)	IH _L	Var rel s ² (FSE)	Desvio rel s(FSE)
1. Amostragem primária	3000000	450000	25	3096,04	0,0000	0,2%
2. Britagem	450000	450000	4,5	729,08	0,0000	0%
3. Divisão <i>Jones</i>	450000	500	4,5	729,08	0,0015	4%
4. Britagem lab.	500	500	0,2	52,78	0,0000	0%
5. Divisão lab.	500	3	0,2	52,78	0,0175	13%
6. Pulverização	3	3	0,0106	4,43	0,0000	0%
7. Análise química	3	1	0,0106	4,43	0,0030	5%
TOTAL					0,0219	15%

Fonte: dados da pesquisa.

O *top-size* do ouro, calculado na equação (45) a partir dos dados experimentais, foi de 382 μm .

5.2.2 Teste da árvore local

Esse protocolo seguiu o mesmo protocolo de coleta e o número de análises do teste da árvore geral. Desse modo, os resultados de ouro total dos quatro grupos de 30 amostras (Apêndice 3) estão compilados na Tabela 7.

Tabela 7 – Resultados das quatro frações analisadas do teste da árvore local

Descrição	A	B	C	D
Massa média (g)	499,4	367,3	269,3	206,5
<i>Top-size</i> (cm)	2,50	1,27	0,55	0,09
Teor médio (g/t)	0,35	0,56	0,46	0,55
Teor máximo (g/t)	1,86	3,61	1,44	1,20
Teor mínimo (g/t)	0,10	0,12	0,16	0,28
Desvio-padrão	0,34	0,67	0,27	0,20
Variância	0,11	0,45	0,07	0,04
Desvio-padrão relativo	0,9481	1,2119	0,5981	0,3638
Variância relativa	0,8989	1,4687	0,3577	0,1324
Variância analítica	0,0100	0,0100	0,0100	0,0100
Variância relativa corrigida	0,8889	1,4587	0,3477	0,1224
Variância normalizada	0,3155	0,8100	0,1588	0,0678
$\ln(s_{FSE}^2 \cdot M_i)$	5,060	5,696	3,756	2,638
$\ln(d)$	0,916	0,239	-0,598	-2,465

Fonte: dados da pesquisa.

Ao plotar os dados dos quatro grupos no gráfico cartesiano, e a partir da regressão linear baseada na equação (49), temos que K e α são respectivamente 109 e 0,85 (Figura 21).

Figura 21 – Correlação entre o produto da variância do FSE e a massa da amostra com o *top-size*

Fonte: dados da pesquisa.

A equação de estimativa do FSE pode ser reescrita como:

$$s^2(FSE) = \left[\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right] 108,85d^{0,852} \quad (55)$$

Ao utilizar a equação (55) para a estimativa do FSE no protocolo de amostragem hipotético, tem-se que o desvio-padrão relativo total do FSE é de 11% (Tabela 8).

Tabela 8 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE em cada etapa do protocolo hipotético, com uso dos parâmetros K e α do teste da árvore local

Etapa	Massa inicial (kg)	Massa final (kg)	d ₉₅ (cm)	IH _L	Var rel s ² (FSE)	Des rel s(FSE)
1. Amostragem primária	3000000	450000	25	1653,41	0,0000	0,2%
2. Britagem	450000	450000	4,5	388,09	0,0000	0%
3. Divisão <i>Jones</i>	450000	500	4,5	388,09	0,0008	3%
4. Britagem lab.	500	500	0,2	27,93	0,0000	0%
5. Divisão lab.	500	3	0,2	27,93	0,0093	10%
6. Pulverização	3	3	0,0106	2,33	0,0000	0%
7. Análise química	3	1	0,0106	2,33	0,0016	4%
TOTAL					0,0116	11%

Fonte: dados da pesquisa.

A granulometria de *top-size* do ouro, calculada na equação (45) a partir dos dados experimentais, foi de 73 µm.

5.3 FSE baseado nas descrições de testemunhos

A partir da mudança no protocolo de descrição de testemunho de sondagem, foram identificados 24 intervalos com presença de ouro livre. Cada grão/*cluster* estava associado a uma amostra, e foram obtidos resultados que variavam de 15 g/t a 610 g/t. Observou-se que na presença de ouro visível o teor mais baixo foi de 15 g/t.

Entre janeiro e outubro de 2016, foram identificadas 147 amostras no banco de dados com teores acima de 15 g/t. Entretanto, somente em 16% dessas amostras o ouro foi visualizado e descrito pelo geólogo. Com base nos dados das descrições, foi gerada a curva apresentada na Figura 22, que mostra a probabilidade de ocorrência de tamanho de grão de ouro; o *top-size* da partícula de ouro obtido foi de 370 μm , e a maior partícula encontrada foi de 800 μm .

Figura 22 – Gráfico de granulação das partículas de ouro visível

Fonte: dados da pesquisa.

Grande parte dos intervalos com ouro visível apresentaram algum agrupamento de partículas, mas esse agrupamento não foi classificado como *cluster*, pois continha uma matriz entre os grãos. O ouro associado à estrutura contínua como veio e contato litológico também não foi descrito como *cluster*.

Ao se analisarem as frações utilizadas no protocolo, observa-se que somente na pulverização a partícula de ouro se torna dominante. Portanto, até a etapa 5, a equação (25) é utilizada com valor de l estimado pela equação (43), sendo $x = 0,5$ e d definido pelo *top-size* da

fração. Nas etapas 6 e 7, $l = 1$, e o valor de d_{Au} é substituído na equação (50). De acordo com a soma das variâncias de cada etapa, o desvio total do FSE foi de 282% (Tabela 9).

Tabela 9 – Estimativa do desvio-padrão relativo do FSE em cada etapa do protocolo hipotético, com uso das informações de *cluster* e *top-size* do ouro

Etapa	Massa inicial (kg)	Massa final (kg)	d_{95} (cm)	IH_L	Var rel $s^2(\text{FSE})$	Des rel $s(\text{FSE})$
1. Amostragem primária	3000000	450000	25	$2,5 \cdot 10^8$	0,4770	69%
2. Britagem	450000	450000	4,5	$3,4 \cdot 10^6$	0,0000	0%
3. Divisão Jones	450000	500	4,5	$3,4 \cdot 10^6$	6,9351	263%
4. Britagem lab.	500	500	0,2	1445,61	0,0000	0%
5. Divisão lab.	500	3	0,2	1445,61	0,4790	69%
6. Pulverização	3	3	0,0106	58,51	0,0000	0%
7. Análise química	3	1	0,0106	58,51	0,0390	20%
TOTAL					7,9301	282%

Fonte: dados da pesquisa.

Observam-se altos valores de IH_L nas duas etapas de amostragem iniciais, nas quais há significativa redução de massa associada à granulometria grossa, gerando desvios inaceitáveis com base nas boas práticas da TOS. A partir da liberação do ouro, o tamanho dessa partícula prevalece no cálculo, e a contínua redução granulométrica agrava os erros de segregação e agrupamento.

Os resultados obtidos a partir do concentrado gravimétrico e das seções delgadas polidas, para as partículas grossas, não diferem da descrição visual. Porém, tanto no ouro concentrado quanto nas seções, foram observados raros grãos finos, menores que 50 μm (Figura 23).

Figura 23 – Parte do testemunho serrado, selecionado para laminação. Presença de grãos de ouro de 400, 100 e menores que 100 μm .

Fonte: arquivo pessoal do autor.

6 DISCUSSÃO

O teste de heterogeneidade e o teste da árvore utilizam regressões baseadas na variância e no tamanho nominal do fragmento para gerar a curva de calibração, a partir da qual os parâmetros K e α são estimados. Diversos tipos de distribuição granulométrica do ouro, associado a veios ou em *clusters*, podem gerar a mesma variação estatística e, eventualmente, os mesmos resultados (MINNITT et al., 2007). Por outro lado, as diferentes características mineralógicas locais fazem com que estudos similares na mesma rocha tenham resultados discrepantes, sendo sugerida a interpretação dos dados com base na mineralogia da rocha (PITARD, 1993, 2004, 2007, 2010; PITARD; FRANÇOIS-BONGARÇON, 2011; MINNITT; RICE; SPANGENBERG, 2007).

O histograma é uma ferramenta útil para identificar diferentes famílias de mineralizações, que remetem a características ou tempos de cristalização diferentes (PITARD, 2010). No gráfico de frequência acumulada do MCH (Figura 10), não se observa quebra nem mudança brusca na inclinação que indiquem duas ou mais famílias. Ao se avaliarem os teores médios dos experimentos e o gráfico de frequência acumulada, nota-se que o teste de heterogeneidade com teor médio de 12 g/t e o teste da árvore geral com teor médio de 8 g/t representam, cada um, 1% da população. Já o teste da árvore local, com teor médio de 0,5 g/t, representa uma alíquota de 11% dos resultados.

Um protocolo de amostragem com alto valor de variância de FSE pode inserir erros no banco de dados, e os resultados históricos podem mascarar a realidade dos teores informados (PITARD, 2010). De posse das informações mineralógicas e com base na literatura (seção 3.4), conclui-se que o protocolo utilizado (seção 3.5.3) não é o ideal para o tipo de mineralização. Assim, a avaliação de cada grupo foi baseada no contexto geológico e mineralógico que o lote representa, e não se utilizaram ferramentas estatísticas para a retirada de dados discrepantes ou *outliers*, como fizeram Minnitt e Assibey-Bonsu (2010).

No teste de heterogeneidade, os dados Grupo A não foram utilizados para realizar a regressão, pois seus resultados afetariam a linha de tendência, de forma que a estimativa do FSE ficaria superestimada. A decisão foi baseada em dois importantes pontos: no valor discrepante da estimativa de IHL , que tinha até duas ordens de grandeza maior que as estimativas das outras frações, e no tamanho dos aglomerados de ouro encontrados nas descrições mineralógicas (Figura 23 – aglomerado de 17 mm aproximadamente), em relação ao tamanho dos fragmentos do Grupo A. Além disto, o método de análise química usado para as amostras do Grupo A foi diferente do método usado para as amostras dos outros grupos.

Outro fator que deve ser observado é a massa necessária de amostra ao se utilizarem a fórmula e os parâmetros de Gy. Com os dados de liberação obtidos através das observações mineralógicas, tem-se que, para representar 500 kg na maior fração (passante em 19 mm) com um desvio-padrão relativo de 15%, são necessários aproximadamente 480 kg. No entanto, o Grupo A, ou seja, a massa de todas as 100 amostras somadas, foi de aproximadamente 40 kg, o que representa o desvio-padrão relativo de 6285%.

Os resultados do protocolo (Tabela 4) contêm os Grupos B, C, D e E. Observa-se que as duas etapas de divisão primária e no laboratório apresentaram o mesmo desvio relativo (13%). Para atingir a recomendação sugerida por Pitard (2010) de 16% de desvio total, deve-se aumentar a massa da etapa 5 para 10 kg.

Um fator relevante na validação do teste de heterogeneidade é o tamanho do ouro obtido através da equação (45), processo utilizado em diversos estudos (MINNITT; RICE; SPANGENBERG, 2007; MINNITT et al., 2007; MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010; MINNITT; FRANÇOIS-BONGARÇON; PITARD, 2011). O valor encontrado de 180 μm é razoável para o tamanho médio da partícula; entretanto, é menor que a granulação de *top-size* observada na rocha e no concentrado de ouro. Se o Grupo A fosse utilizado na regressão para definir a estimativa do FSE, o valor da partícula calculado seria de $9,10^{-36} \mu\text{m}$.

Minnitt e Assibey-Bonsu (2010) também fizeram comparações entre o teste de heterogeneidade e o teste da árvore e obtiveram resultados em grandezas menores que átomos ao calcular o tamanho da partícula com base no teste de heterogeneidade. Ao se utilizar o Grupo A, o valor subatômico estimado para a granulação de ouro contrasta com o tipo de mineralização do MCH, na qual é possível visualizar grãos de ouro, principalmente pelo teor médio de 12 g/t.

O teste da árvore geral apresentou valores de K e α (205 e 0,84) compatíveis com os resultados de outros testes na literatura. Além disso, o resultado da estimativa de *top-size* do ouro, de 380 μm , foi coerente com a descrição mineralógica (MINNITT; RICE; SPANGENBERG, 2007; MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010). Deve-se ressaltar que, ao se utilizar a equação (45), calcula-se o diâmetro no qual 95% do material deve ser cominuído para que seja liberado 80-85% do ouro (PITARD, 2010).

Nos estudos de Minnitt e Assibey-Bonsu (2010), em apenas um depósito (mina Kloof) houve discrepância entre a granulação do ouro, calculada através do teste da árvore (1220 μm), e a granulometria baseada na mineralogia da rocha (220 μm). De acordo com esses autores, os estudos mineralógicos definem a partícula mínima, e não a partícula média ou *top-size*. Para validar o tamanho da partícula estimado para a mina Kloof, calcula-se o resultado de uma

partícula de 1220 μm na alíquota de 30 g. A fração analítica apontaria o teor de 507,48 g/t, valor não observado nos resultados.

Através dos dados deste estudo, sugere-se outra forma de validação do diâmetro de liberação estimado, utilizando-se o cálculo do teor da amostra com apenas uma partícula de *top-size*. A partir da relação entre o diâmetro da maior partícula e a massa analítica, estima-se o teor mínimo possível quando há presença de uma única pepita. O teor obtido não pode ser de grandeza maior que os resultados extremos, uma vez que, se houver a presença de pepita, ela eventualmente fará parte da alíquota final e apresentará um teor que pode ser julgado como extremo.

Esse problema poderia repetir-se no MCH, mas foi observado que a granulometria de 65% das partículas é menor que 100 μm (Figura 22). Além disso, ao se avaliarem os resultados de todos os grupos do teste da árvore geral, notou-se que, para os menores teores (3,30 g/t), ao menos 20 partículas de 100 μm estariam na alíquota analisada. Já para os teores altos (14,50 g/t), poderiam ser 90 partículas de 100 μm ou uma partícula de 440 μm . Pitard (2004) aponta que em depósitos de ouro é observada a relação direta de aumento de teor com o aumento da granulação da partícula de ouro. A frequência de resultados altos no MCH (quatro teores maiores que 13 g/t) é concordante com a frequência do *top-size* estimado e validado pela mineralogia.

Caso o resultado obtido de *top-size* seja discrepante da realidade, os resultados extremos (altos e baixos) devem ser entendidos, pois influem diretamente na variância do grupo, no K e α e, conseqüentemente, no valor da estimativa do tamanho da partícula.

O desvio-padrão do FSE de todo o protocolo foi de 15%, dentro do limite aceitável de 16% para a TOS, de acordo com Pitard (2010). O protocolo pode ser otimizado, caso a massa final da etapa 5 seja elevada para 5 kg. No entanto, sugere-se verificar a viabilidade de realizar cinco lixiviações de 1 kg ou uma lixiviação de 5 kg. Essa alteração reduziria o desvio total em 3%, passando-o para 12%.

Três fatores contribuíram para a escolha da estimativa através do teste da árvore: a proximidade entre o teor médio das amostras do estudo, o teor médio para MCH em toda a mina e a abrangência da amostra inicial, no sentido de representar a litologia em um nível por completo.

O teste da árvore local foi um experimento realizado com uma amostra que representava uma pequena parte do corpo, com teores erráticos. Entretanto, no resultado, apenas a fração mais fina apresentou um teor anômalo (11,11 g/t) em relação às outras amostras, sendo que todas as outras amostras tiveram média de 0,48 g/t. Esse único valor extremo no grupo D afetou

os dados e foi excluído. Caso fosse utilizado, a regressão linear apresentaria uma inclinação negativa, e a redução do *top-size* aumentaria a variância.

Interpreta-se que locais onde são encontrados inúmeros teores baixos e raros teores altos (maiores que 100 g/t) são áreas com partículas finas, disseminadas com presença ocasional de pepitas. Essa afirmação pode ser sustentada por dois fatos: a diferença entre os resultados das amostras do mesmo grupo tende a aumentar ao se aproximar da granulometria de liberação da partícula; e o grupo D tem *top-size* de 850 μm , abaixo da granulação das maiores partículas de ouro observadas. Assim, o teor anômalo pode ser influência de uma única pepita, por exemplo, de 645 μm , que resultou no teor de 11,11 g/t para a massa de 205 g.

Caso o experimento tivesse seguido o protocolo original, com a análise da alíquota final de 30 g por *fire assay*, o resultado seria vulnerável a fatores que afetariam essa interpretação, como os erros INE, IDE, IEE, IWE, IPE. Diferentemente de Minnitt e Assibey-Bonsu (2010), o método analítico para esse experimento foi a lixiviação por cianeto de toda a massa da amostra; com isso, pode-se considerar que os erros citados foram eliminados.

Os valores de K e α (109 e 0,85, respectivamente) são compatíveis com os resultados encontrados por outros autores (MINNITT; RICE; SPANGENBERG, 2007; MINNITT; ASSIBEY-BONSU, 2010). Contudo, observa-se uma discrepância grande entre o teor médio do teste (0,48 g/t) e o teor médio do MCH (7 g/t). Portanto, há uma contraindicação para o uso dos fatores gerados no teste da árvore local para determinar o FSE, pois eles subestimam os desvios encontrados. A granulação do ouro calculada, de 73 μm , condiz com a interpretação da presença de várias partículas finas e raras partículas grossas. Para obter o teor médio de 0,48 g/t, estima-se que são necessárias 30 partículas de 73 μm em 200 g.

A estimativa do FSE que apresentou maior desvio total, de 282%, foi obtida através dos parâmetros das observações mineralógicas. Embora a fórmula de Gy seja adaptável para o uso de *clusters* ou da partícula mais grossa, as etapas que antecederam a liberação do ouro impactaram diretamente no resultado final. Conclui-se, assim, que a equação (50) não deve ser utilizada para estimar protocolos de processo com granulometrias grossas, mas somente a partir da granulometria na qual a maior partícula de interesse for liberada. Depósitos de ouro com baixa concentração, nos quais o *top-size* do material é elevado ao cubo, geram resultados superestimados, com desvios inaceitáveis para a TOS (PITARD, 2010).

A utilização do método de descrição de testemunhos para estimar os erros associados aos protocolos provou ter pouca utilidade para o minério de Lamago e provavelmente para depósitos de ouro livre em quartzo. No entanto, alguns pontos importantes devem ser avaliados

critérios, por exemplo: a definição da terminologia de *cluster* e a determinação de seu tamanho; e a identificação de possíveis problemas no método analítico, baseada nos resultados das observações mineralógicas e nos teores obtidos. Tais vieses podem implicar diretamente a estimativa do FSE e gerar resultados superestimados ou afetados por erros devidos a pepitas de ouro.

Os *clusters* devem ser partículas finas e aglomeradas, de forma que, juntas, possam ser consideradas uma única pepita maior, como o que ocorre com a pirita de granulação fina (Figura 24, Relatório *Gold Deportment* 2015)². Se as partículas se separarem com a cominuição, não deverão ser classificadas como *cluster*. Por exemplo, 20 partículas finas em um círculo de 1 cm de diâmetro podem parecer unidas, mas ser desagrupadas com redução granulométrica menor que 1 cm. Com isso, o agrupamento identificado não será dominante em relação à fração do lote.

Figura 24 – Aglomerado de pirita de granulação fina

Fonte: AGA – *Gold Deportment* (2015).

No caso de o agrupamento das partículas obedecer à definição supracitada, a avaliação da continuidade e do comprimento da mineralização deve ser cuidadosamente analisada em relação às estruturas associadas. Mineralizações de ouro podem ocorrer em veios, contatos geológicos e outras estruturas (foliação, falhas e fraturas). As dimensões dessas estruturas podem ser mascaradas pelo diâmetro do testemunho (Figura 25).

² Relatório denominado *Gold Deportment*, que avalia as características do minério em beneficiamento realizado na usina de Cuiabá, em 2015.

Figura 25 – Croqui esquemático das possíveis formas de mineralizações e sua relação com o diâmetro do testemunho de sondagem

Fonte: arquivo pessoal do autor.

É pequena a relação entre intervalos com ouro visível, descrito pelo geólogo, e o número de amostras com teores acima de 15 g/t (esse teor representa uma única partícula de 378 μm em uma amostra de 30 g). Ainda é incerta a estimativa do *top-size* do experimento, pois 84% do ouro de alto teor não foi identificado visualmente. Existem alguns aspectos que podem influenciar o alto número de partículas não vistas:

- a) a área observada no testemunho de sondagem;
- b) a quantidade de massa que compõe a alíquota final;
- c) o método analítico utilizado.

A área observada é limitada, e os testemunhos têm 36 mm de diâmetro. Portanto, a área observada em uma amostra de 80 cm é de 0,09 m^2 . Se o mesmo testemunho for serrado, essa área aumenta para 0,15 m^2 ; porém, essa é uma prática utilizada somente em casos específicos, quando é necessário manter metade do testemunho para avaliações futuras.

A massa final e o método analítico representam um grande fator para a estimativa de tamanho dos grãos não descritos. O uso de massa insuficiente, associada à presença de pepita, pode gerar um resultado irreal, por vezes identificado como efeito pepita. Por exemplo, se a amostra de 80 cm com 2,5 kg contiver uma única partícula de ouro com 400 μm , e essa partícula for selecionada para dois tipos de análises, uma usando uma alíquota de 30 g e outra usando uma alíquota de 1 kg, os teores serão de 34,91 g/t e 1,05 g/t, respectivamente.

O procedimento da AGA consiste em analisar uma alíquota de 30 g do material pulverizado por *fire assay*, e existem infinitas combinações de granulações de ouro para se obter um teor de 15 g/t (Figura 26)³.

Figura 26 – Exemplo de granulação de ouro e número de partículas para a obtenção de 15 g/t em uma alíquota de 30 g

Fonte: modificado AGA – *Gold Deportment* (2015).

De acordo com a Figura 26, o número de partículas de 50 µm em 30 g para a obtenção um resultado de 15 g/t é muito alto. Como a amostra tem aproximadamente 2,5 kg, sugerem-se três opções para o resultado observado:

- a) que o ouro estava disseminado no intervalo (aproximadamente 36 mil partículas);
- b) que o ouro estava totalmente segregado e agrupado;
- c) que são pepitas em porções não visíveis do testemunho.

As análises mineralógicas nos testemunhos e no concentrado apontam que o método de análise ideal para o tipo de mineralização sugerido na literatura é a lixiviação (PITARD, 1993; PITARD; STEVENS, 2011). Qualquer avaliação do banco de dados pode apontar falsos teores extremos, gerados por uma alta variância do FSE no protocolo de amostragem. Informações incorretas afetam diretamente as estimativas de teores e, consequentemente, a viabilidade ou previsibilidade do empreendimento (PITARD, 2010).

³ Relatório denominado *Gold Deportment*, que avalia as características do minério em beneficiamento, realizado na usina de Cuiabá, em 2015.

7 CONCLUSÕES

O presente estudo apontou que o uso da caracterização mineralógica associada à fórmula de Gy gera um protocolo de amostragem com alto desvio-padrão e, portanto, ilusório e inviável. O teste de heterogeneidade é o único protocolo que isola o FSE; portanto, espera-se que apresente a menor estimativa de IH_L . As frações grossas desse teste devem ser cuidadosamente analisadas antes que sejam utilizadas na estimativa do IH_L , em razão de sua baixa massa, resultando em baixa representatividade das amostras, e da presença de *clusters*. Mesmo após o tratamento dos dados, a estimativa do erro fundamental do protocolo de amostragem que utiliza o teste de heterogeneidade continuou mais alta que a do teste da árvore.

A utilização do teste da árvore, associado às informações mineralógicas, demonstrou ser a melhor alternativa para a estimativa de FSE, mesmo havendo indicações na literatura de que esse teste gera resultados que incluem o erro de segregação e agrupamento (GSE). Dessa forma, para o planejamento das amostragens na mina de Lamego, sugere-se realizar a estimativa de desvio usando os resultados do teste da árvore para gerar o protocolo ótimo.

Após a análise de quatro diferentes testes com o quartzo fumê de Lamego, visando estimar a heterogeneidade do minério, chegou-se à conclusão de que o teste da árvore deve ser realizado com testemunhos de sondagem, minimizando a influência dos erros IDE, IEE, IPE e IWE na amostragem primária, e também representar todo o litotipo em três dimensões. Entretanto, ressalta-se que o resultado do diâmetro de liberação estimado por esse teste deve ser similar ao tamanho de partícula descrito pelo geólogo para que ele possa ser usado com confiança na otimização de protocolos de amostragem.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BROWN JR, W. O.; BURDEKIN, R. C. K. Fraud and financial markets: the 1997 collapse of the junior mining stocks. **Journal of Economics and Business**, v. 52, n. 3, p. 277-288, mai./jun. 2000.
- CHIEREGATI, A. C. **Reconciliação pró-ativa em empreendimentos mineiros**. 2007. 201 p. Tese de doutorado – Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 13 de maio de 2007.
- CHIEREGATI, A. C.; PITARD, F. F. The challenge of sampling gold. **The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, p. 107-112, 2009. In: FOURTH WORLD CONFERENCE ON SAMPLING & BLENDING, 2009, Cidade do Cabo, 2009.
- _____. Fundamentos teóricos da amostragem. In: CHAVES, A. P. **Teoria e Prática do Tratamento de Minérios**. 2 ed. São Paulo: Oficina de Textos, 2012. cap. 7, p. 323-364.
- CANADA. **NI 43-101** Standards of Disclosure for Mineral Projects, Form 43-101F1 Technical Report and Related Consequential Amendments, 2011. Disponível em: <http://web.cim.org/standards/documents/Block484_Doc111.pdf>. Acesso em: 10/11/2016.
- DUBÉ, B.; GOSSELIN, P. Greenstone-hosted quartz-carbonate vein deposits. In: GOODFELLOW, W.D. (Ed.). **Mineral Deposits of Canada: A Synthesis of Major Deposit-Types, District Metallogeny, the Evolution of Geological Provinces, and Exploration Methods: Geological Association of Canada, Mineral Deposits Division**, Special Publication No. 5, p. 49-73, 2007.
- FRANÇOIS-BONGARÇON, D. The Practice of the Sampling of Broken Ores. **CIM Bulletin**, v. 86, n. 970, p. 75-81, 1993.
- FRANÇOIS-BONGARÇON, D.; GY, P. The most common error in applying ‘Gy’s Formula’ in the theory of mineral sampling, and the history of the liberation factor. **The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, p. 475-480, 2002.
- GY, P. Sampling of discrete materials – a new introduction to the theory of sampling Part I. Qualitative approach. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**. Cannes, n. 74, p. 25-38, 2004a.
- _____. Sampling of discrete materials Part II. Quantitative approach – sampling of zero-dimensional objects. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**. Cannes, n. 74, p. 25-38, 2004b.
- _____. Sampling of discrete materials Part III. Quantitative approach – sampling of one-dimensional objects. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**. Cannes, n. 74, p. 39-47, 2004c.
- _____. Sampling of discrete materials Part IV. 50 years of sampling theory – a personal history. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**. Cannes, n. 74, p. 49-60, 2004d.
- MARTINS, B. S. **Controle da mineralização aurífera de Lamego, Sabará, Quadrilátero Ferrífero, MG**. 2011. 250 p. Dissertação de mestrado – Departamento de Geologia – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 8 de fevereiro de 2011.

MINKKINEN, P. Practical applications of sampling theory. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**. Lappeenranta, n. 74, p. 85-94, 2004.

MINNITT, R. C. A. Sampling: the impact on costs and decision making. **The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, p. 451-462, 2007.

MINNITT, R. C. A.; RICE, P. M.; SPANGENBERG, C. Part 2: Experimental calibration of sampling parameters K and alpha for Gy's formula by the sampling tree method. **The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, p. 513-518, 2007.

MINNITT, R. C. A. et al. Comparison of the liberation size determined by different methods. In: PROCEEDINGS THIRD WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2007, Porto Alegre: Gráfica e Editora Pallotti. p. 253-267.

MINNITT, R. C. A.; ASSIBEY-BONSU, W. A comparison between the duplicate series analysis method and the heterogeneity test as methods for calculating the sampling constants, K and alpha. **The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, v. 110, p. 251-268, 2010.

MINNITT, R. C. A.; FRANÇOIS-BONGARÇON, D.; PITARD, F. F. Segregation Free Analysis for calibrating the constants K and α for use in Gy's formula. In: PROCEEDINGS FIFTH WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2011, Santiago: Gecamin. p. 133-150.

PITARD, F. F. **Pierre Gy's sampling theory and sampling practice: heterogeneity, sampling correctness, and statistical process control**. 2nd ed. Boca Raton: CRC Press, 1993. 488 p.

_____. Effects of residual variances on the estimation of the variance of the Fundamental Error. **Chemometrics and intelligent laboratory systems**, v. 74, p. 149-164 2004.

_____. The in situ nugget effect: a major component of the random term of a variogram. In: PROCEEDINGS THIRD WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2007, Porto Alegre: Gráfica e Editora Pallotti. p. 91-110.

_____. Theoretical, practical, and economic difficulties in sampling for trace constituents. **The Journal of The Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, p. 313-321, 2010.

PITARD, F. F.; FRANÇOIS-BONGARÇON, D. Demystifying the Fundamental Sampling Error and Grouping and Segregation Error for practitioners. In: PROCEEDINGS SIXTH WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2011, Santiago: Gecamin. p. 39-55.

PITARD, F. F., STEVENS, D., 2011. The development of a solution to the sample preparation of coarse gold samples. In: PROCEEDINGS FIFTH WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2011, Santiago: Gecamin. p. 331-344.

PITARD, F. F. The advantages and pitfalls of conventional heterogeneity tests and suggested alternative. In: PROCEEDINGS SEVENTH WORLD CONFERENCE ON SAMPLING AND BLENDING, 2015, Bordeaux: IMPublications. p. 13-18.

SALES, M. **The Geological Setting of the Lamego Banded Iron-Formation-Hosted Gold Deposit, Quadrilátero Ferrífero District, Minas Gerais-Brazil**. 1998. 182 p. Dissertação de mestrado – Queen's University, Kingston, 1998.

SPANGENBERG, I. C. **The status of sampling practice in the gold mining industry in Africa: Working towards an international standard for gold mining sample practices**. 2012. 164 p. Dissertação de mestrado – Universidade de Witwatersrand, Johannesburg, 2012.

The JORC Code. **Australasian Code for Reporting of Exploration Results, Mineral Resources and Ore Reserves**, 2012, The Joint Ore Reserves Committee of The Australasian Institute of Mining and Metallurgy, Australian Institute of Geoscientists and Minerals Council of Australia. Disponível em: <<http://www.jorc.org>>. Acesso em: 10/11/2016.

WHITE, T. G. Hard-rock mining: method advantages and disadvantages In: HARTMAN, H. L. **SME Mining Engineering Handbook**. 2nd ed. Ann Arbor, Michigan: Cushing-Malloy, 1996. cap. 21.2, p. 1843-1849.

YAMAMOTO, J. K. **Curso de Geoestatística Aplicada**. Apostila para disciplina de pós-graduação do Departamento de Recursos Minerais e Hidrogeologia, GSA-5822 – Geoestatística Aplicada. São Paulo: Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo, 2003. 84 p.

APÊNDICE 1 – TESTE DE HETEROGENEIDADE

Número da amostra	Grupo A		Grupo B		Grupo C		Grupo D		Grupo E	
	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)
1	492,58	6,50	214,51	3,75	62,54	3,88	92,81	6,42	55,38	5,04
2	492,79	9,91	216,99	4,78	61,48	4,26	98,51	16,26	54,42	3,46
3	499,99	7,22	286,00	8,03	124,19	13,65	92,85	12,79	57,99	9,09
4	469,26	5,77	311,54	7,83	96,56	4,18	88,19	17,34	52,13	15,25
5	508,08	9,97	224,47	3,74	108,29	3,11	88,32	29,49	54,77	8,81
6	504,87	4,92	247,10	12,02	124,04	6,02	86,32	9,85	47,54	4,99
7	487,25	4,82	260,25	10,86	84,34	5,35	84,67	37,04	52,73	10,60
8	479,42	10,42	290,75	17,90	110,58	4,51	77,20	11,47	48,23	3,92
9	505,63	8,78	211,71	25,90	119,04	9,87	88,79	10,17	50,21	7,17
10	467,91	5,46	270,28	4,15	88,71	2,75	87,80	5,34	52,01	5,18
11	500,34	8,81	289,96	5,31	106,56	4,68	77,21	13,03	50,44	5,88
12	507,80	4,14	246,34	5,90	106,30	12,49	87,39	15,68	49,45	2,94
13	489,08	5,45	272,24	10,74	80,61	20,75	76,73	10,27	51,92	21,40
14	499,34	4,18	252,63	11,37	108,49	48,64	91,10	12,45	51,53	6,13
15	505,02	6,66	246,93	4,09	94,87	56,36	81,19	8,83	57,15	9,94
16	466,85	9,03	255,24	10,34	116,99	4,38	88,40	9,58	50,82	6,03
17	509,15	4,61	232,05	5,77	78,66	28,66	89,33	17,69	54,93	25,75
18	511,17	8,11	233,45	8,73	94,46	2,86	82,86	18,31	54,11	3,46
19	493,12	4,38	251,68	6,25	101,22	11,43	78,32	27,53	49,14	12,00
20	508,90	12,27	244,86	8,01	106,29	2,90	87,44	4,84	47,86	12,00
21	507,68	126,49	227,51	6,37	89,50	6,77	77,13	29,37	47,80	3,53
22	498,80	38,01	242,52	12,00	109,14	55,30	90,25	7,34	56,57	6,06
23	513,19	5,93	188,97	8,97	94,77	13,50	83,42	13,61	45,16	7,53
24	488,06	14,78	224,07	8,04	102,15	28,92	73,34	11,17	52,43	5,01
25	493,48	6,30	273,07	8,93	83,41	14,13	79,95	8,87	54,00	13,97
26	436,92	5,61	232,77	8,12	101,55	8,51	79,76	29,61	45,34	4,51
27	511,28	20,26	240,10	6,58	98,58	8,36	83,41	6,02	57,97	3,73
28	492,41	6,37	235,96	4,32	98,75	2,16	81,46	20,64	45,11	3,76
29	487,34	2,98	216,25	4,79	77,63	2,75	83,04	7,27	52,79	9,72
30	501,30	13,99	217,44	4,24	85,68	4,81	73,49	11,07	52,50	7,44
31	487,63	17,24	234,33	5,24	98,42	19,13	84,41	27,19	49,58	10,75
32	486,06	6,07	228,41	9,09	100,60	8,53	82,23	19,24	51,77	5,11
33	511,49	8,29	220,71	3,71	88,58	4,92	78,01	5,96	48,87	3,94
34	459,84	8,87	240,06	3,66	90,78	21,65	85,92	5,73	53,37	5,52
35	449,09	10,08	233,04	8,18	95,33	4,10	76,85	8,56	46,66	18,45
36	502,09	7,52	201,77	2,62	94,46	23,16	79,45	9,75	58,14	3,99
37	473,25	2,63	219,00	11,69	90,06	6,27	76,08	4,61	48,96	10,15

38	473,46	5,44	240,75	11,16	89,80	15,90	84,27	7,55	47,70	6,72
39	489,42	6,38	252,40	6,81	90,47	2,84	73,28	5,89	48,27	11,15
40	427,87	26,45	201,42	15,72	92,71	4,35	73,97	25,30	48,77	20,60
41	512,37	8,90	239,96	6,71	83,24	10,63	80,47	12,44	45,63	20,70
42	488,63	5,00	177,32	25,86	89,28	10,10	77,60	12,37	45,67	9,17
43	481,50	5,90	200,08	3,84	91,85	3,53	90,49	28,11	49,86	4,68
44	489,66	11,97	238,25	10,98	106,25	19,83	84,52	8,54	51,49	8,22
45	452,87	27,68	211,47	2,79	76,30	7,64	83,29	18,39	48,42	7,34
46	447,51	13,87								
47	473,35	12,65								
48	413,49	12,50								
49	395,74	11,08								
50	335,42	14,21								
51	368,53	12,98								
52	401,33	4,05								
53	374,56	4,65								
54	347,99	4,50								
55	353,12	7,26								
56	348,59	9,33								
57	395,29	8,42								
58	373,72	6,30								
59	378,26	18,04								
60	377,54	10,41								
61	355,06	6,43								
62	353,56	54,34								
63	388,27	19,95								
64	348,88	6,81								
65	378,58	27,51								
66	370,61	6,97								
67	361,67	4,61								
68	403,30	7,35								
69	352,12	45,20								
70	393,28	16,51								
71	367,07	40,78								
72	309,71	7,88								
73	370,41	9,88								
74	364,47	5,38								
75	377,13	9,81								
76	401,88	11,97								
77	307,12	6,68								
78	371,15	8,11								
79	348,67	6,33								
80	355,69	19,32								

81	351,68	20,59								
82	308,02	3,49								
83	364,95	18,86								
84	341,95	33,19								
85	392,35	10,17								
86	368,43	10,75								
87	388,71	17,32								
88	372,93	6,44								
89	403,55	11,66								
90	350,56	7,52								

APÊNDICE 2 – TESTE DA ÁRVORE GERAL

Número da amostra	Grupo A		Grupo B		Grupo C		Grupo D	
	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)
1	47,30	5,89	50,53	4,89	48,21	9,37	48,73	7,51
2	48,09	4,66	48,41	9,28	47,16	6,80	47,77	6,97
3	48,92	6,83	47,95	3,87	47,03	10,05	47,00	8,45
4	49,57	6,00	49,33	10,15	47,84	10,45	47,83	9,11
5	49,19	9,36	47,90	6,38	47,50	10,10	47,73	9,36
6	47,06	6,23	47,55	11,20	47,51	8,54	47,12	7,02
7	49,04	5,34	50,00	9,65	47,09	8,74	49,43	13,75
8	50,83	4,98	47,86	13,10	48,39	8,74	47,95	9,70
9	52,53	8,94	48,77	7,82	49,32	11,00	47,15	10,60
10	49,77	4,50	48,26	11,20	47,46	8,58	49,48	9,84
11	49,42	3,29	48,64	9,92	47,94	6,62	47,39	6,56
12	47,12	7,84	49,03	7,88	49,01	9,81	48,24	9,15
13	48,55	4,81	48,83	9,10	47,74	13,35	47,89	9,07
14	47,83	4,78	47,34	11,50	47,75	8,37	47,26	11,10
15	49,53	11,85	49,02	6,36	48,03	11,80	48,57	7,75
16	48,28	6,47	48,83	8,42	50,32	11,45	50,60	8,94
17	48,78	14,65	50,63	10,80	50,39	7,91	47,98	7,78
18	47,97	9,27	48,30	10,15	50,35	11,55	49,09	11,80
19	47,18	8,64	48,19	7,65	50,22	8,67	48,62	10,80
20	47,58	6,67	48,38	6,33	50,54	6,97	47,76	10,55
21	49,12	4,40	47,39	3,56	47,04	9,11	47,42	9,86
22	48,89	6,99	48,81	8,87	50,06	10,00	49,67	11,05
23	47,73	4,06	49,20	10,65	50,62	7,76	47,94	9,21
24	47,73	6,71	50,12	13,85	49,93	7,88	47,03	11,30
25	47,83	5,90	49,56	4,97	47,69	9,18	49,36	7,08
26	47,09	7,50	48,41	9,65	50,75	9,62	48,96	7,24
27	47,84	11,40	49,18	10,75	49,09	7,96	48,69	9,53
28	47,27	5,29	47,73	5,49	47,14	8,27	47,09	9,39
29	47,32	4,62	48,79	8,67	49,00	11,75	48,35	7,96
30	47,18	7,45	47,34	11,30	48,21	8,63	49,36	7,11

APÊNDICE 3 – TESTE DA ÁRVORE LOCAL

Número da amostra	Grupo A		Grupo B		Grupo C		Grupo D	
	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)	Massa (g)	Au (g/t)
1	470,26	0,37	342,73	1,50	263,10	0,36	178,14	0,46
2	459,36	0,32	316,20	0,42	249,93	0,26	172,16	0,63
3	507,03	0,18	370,11	0,39	278,67	0,36	206,58	0,44
4	527,10	1,86	350,69	0,18	298,99	0,40	201,39	0,60
5	481,16	0,13	396,98	0,24	282,87	0,27	203,93	0,48
6	490,27	0,25	356,51	0,14	270,42	0,28	203,63	0,41
7	484,88	0,31	367,86	0,19	249,11	0,82	213,11	0,46
8	477,86	0,17	392,96	0,12	251,46	0,53	205,53	11,11⁴
9	505,36	0,25	361,74	1,28	278,17	0,22	200,16	1,20
10	519,08	0,34	344,66	0,43	237,10	0,35	199,62	0,48
11	505,94	0,16	344,25	0,30	274,35	0,30	211,98	0,81
12	526,83	1,01	395,94	0,18	282,61	0,45	197,24	0,37
13	505,31	0,22	347,71	0,29	262,38	0,31	203,29	0,52
14	555,90	0,25	344,68	3,61	264,07	0,35	200,49	0,48
15	529,12	0,10	345,82	0,48	281,13	0,19	216,94	0,96
16	491,33	0,37	380,98	1,28	276,51	0,36	191,76	0,36
17	482,90	0,57	356,39	0,26	275,12	0,47	197,98	0,52
18	482,12	0,16	330,31	0,31	259,93	0,49	206,19	0,50
19	443,90	0,20	355,57	0,39	268,83	0,45	213,05	0,46
20	514,98	0,24	391,74	0,28	282,99	0,51	213,92	0,44
21	547,13	0,21	371,53	1,18	274,80	0,64	214,71	0,98
22	482,45	0,13	357,93	0,18	257,44	0,16	205,36	0,49
23	493,09	0,55	422,82	0,33	268,61	0,30	222,67	0,60
24	496,76	0,32	360,98	0,26	273,93	1,02	228,47	0,33
25	447,03	0,14	400,90	0,26	270,72	0,53	214,20	0,45
26	496,04	0,28	396,21	0,72	262,21	0,23	213,77	0,63
27	495,89	0,30	386,88	0,53	266,22	0,52	214,09	0,60
28	518,57	0,27	388,35	0,45	283,10	0,92	219,27	0,69
29	541,39	0,71	367,04	0,20	275,69	1,44	214,41	0,49
30	504,06	0,32	373,93	0,33	257,32	0,23	210,87	0,28

⁴ Resultado excluído da estimativa.