

APLICAÇÃO DE TÉCNICAS DE GARANTIA E CONTROLE DA QUALIDADE EM PROCESSO DE AMOSTRAGEM DE MATÉRIAS PRIMAS EM MULTINACIONAL DE MINERAÇÃO

Felipe Eduardo Carlos Silva¹

1felipecarlos@gmail.com

Wagner Cardoso²

wagner.cardoso@uniube.br

RESUMO

O presente estudo tem como objetivo apresentar métodos de avaliação de controle de qualidade dentro da etapa de garantia da qualidade e controle da qualidade (QA/QC) de resultados químicos obtidos a partir de amostragem de matérias primas em empresa multinacional de materiais refratários, dentro do setor de mineração. Somente através da avaliação das análises geradas pelas amostras é possível aprofundar em etapas de pesquisa mineral as quais objetivam justificar empreendimentos e tornar viável a exploração mineral. Esta etapa é importante no processo de caracterização quali-quantitativa das análises enviadas através de laboratórios de análises de minério, e faz-se necessário avaliar todos os laudos salvo a complexidade do processo analítico.

Palavras-chave: Garantia da qualidade. Controle da Qualidade. Mineração. Pesquisa Mineral. QA/QC.

¹Graduando em Engenharia de Produção na Universidade de Uberaba

²Orientador, Professor e Coordenador do Curso de Engenharia de Produção na Universidade de Uberaba, graduado em Engenharia de Produção, Mestre e Doutorando em Engenharia de Produção.

APPLICATION OF ASSURANCE AND QUALITY CONTROL TECHNIQUES IN THE SAMPLING PROCESS OF RAW MATERIALS IN MULTINATIONAL MINING

ABSTRACT

This study aims to present quality control evaluation methods within the quality assurance and quality control (QA/QC) stage of chemical results obtained from raw material sampling in a multinational refractories company, within mining department. Only through the assessment of the analyzes generated by the samples is it possible to go deeper into mineral research stages which aim to justify investments and make mineral exploration viable. This step is important in the qualitative-quantitative characterization process of the analyzes sent through ore analysis laboratories, and it is necessary to evaluate all the reports, due to the complexity of the analytical process.

Keywords: Quality Assurance. Quality Control. Mining. Mineral Research. QA/QC.

1. INTRODUÇÃO

O estudo que permite avaliar um depósito mineral e converter esses recursos em ativos e em possível investimento requer ferramentas avançadas, conhecimento e habilidades de diferentes áreas da engenharia, pois se trata de investimentos de grande volume. Conduzir o estudo de forma cautelosa permite uma análise de investimento mais confiável e pode diminuir consideravelmente o risco de perda de valores investidos no empreendimento.

A pesquisa mineral é uma importante etapa deste processo de avaliação de recursos e um de seus métodos de obtenção de informações é o processo de amostragem. Conforme a NBR ISO 8656-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2013), a amostragem é o conjunto de operações coordenadas que visam buscar parte representativa de um universo a fim de conhecer suas propriedades. No caso de empreendimento mineiro, o processo de pesquisa e amostragem busca representar a ocorrência mineral estudada e transformá-la em informação.

Define-se mineração como a ação de explorar minas e retirar minério (MINERAÇÃO, 2021). Como técnica utilizada desde os primórdios da colonização, o ato de lavrar possibilitava que fossem encontradas substâncias minerais variadas sob o solo brasileiro, até a aplicação de ferramentas, que ampliaram o processo trazendo as catas/garimpos à São Vicente-SP, no Vale da Ribeira. Logo aos anos de 1800, as lavras se sofisticaram com o ouro, e conseqüentemente, daí em diante só houve melhorias no setor de mineração (GERMANI, 2002); chegando ao que temos hoje: indústrias com grande investimento na extração de minérios e pesquisas.

Segundo o Instituto Brasileiro de Mineração (IBRAM, 2021), o setor registrou no primeiro semestre de 2021 uma alta no faturamento de 98% comparado ao mesmo semestre do ano anterior, o que juntamente à Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM) arrecadaram bilhões de dólares em exportações minerais; enaltecendo a influência econômica que o processo de mineração possui no país.

Para que todo o processo de mineração aconteça é preciso conhecer os fundamentos, as reações, as técnicas e os cálculos que permitem avaliar e assimilar informações sobre um determinado recurso mineral e, quando o objetivo

é avaliar quimicamente um produto ou material, os resultados desta pesquisa se convertem em informações necessárias para a caracterização (ou não) de um investimento.

A questão geradora deste artigo deve-se ao fato de que todas as informações geradas a partir dos trabalhos de campo e, conseqüentemente enviadas ao laboratório, serão utilizadas como fonte de informação em futuras análises que irão caracterizar ou não um possível investimento, logo, o volume de dados gerado deve apresentar confiabilidade necessária para tal. A questão de pesquisa é: O cenário atual das análises enviadas pelos laboratórios são confiáveis?

O objetivo geral do artigo é avaliar se laudos químicos, provenientes de campanhas de amostragem, recebidos por determinados laboratórios da empresa X, localizada em Uberaba, interior de Minas Gerais – Brasil, estão de acordo com os parâmetros de qualidade determinados pela própria empresa. A partir da avaliação quali-quantitativa desses resultados, caso a análise seja positiva, a empresa dispõe dessas informações e passa a utilizá-las quando julgar necessário, caso a análise seja negativa, deve-se retornar com as amostras para o laboratório e solicitar reanálise das amostras e deve ser submetida uma nova checagem no laudo reanalisado.

Tomando como parte essas premissas, temos os objetivos secundários:

- Estabelecer o sucesso das atividades já em andamento;
- Corrigir etapas de procedimentos operacionais; e
- Indicar futuras melhorias estruturais.

Possibilitar conhecer os resultados provenientes da sua pesquisa mineral permite à empresa avaliar seus resultados de acordo com seus objetivos (fundário, exploratório, regularizações jurídicas, informações estratégicas etc.) dando sustentação ao investimento e possibilitando o desenvolvimento social nos locais em que atua. Conhecer os resultados no sentido quali-quantitativo das análises poderá, através dessa pesquisa, fornecer informações que irão orientar a rotina de trabalho das equipes de pesquisa mineral e controle de qualidade da empresa.

Estudar os laudos enviados pelo laboratório da empresa através de técnicas de geoestatística e amostragem permitirá avaliar em caráter exploratório a qualidade dos resultados dessas análises químicas. Dentro das métricas que serão avaliadas pode-se destacar alguns possíveis problemas de qualidade que serão

exploradas ao longo deste artigo: falha no processo de amostragem, falha no processo de preparação de amostras, falhas analíticas ocasionadas por falhas de procedimento ou pelo equipamento.

Espera-se conhecer a qualidade desses resultados e propor sugestões/melhorias nas etapas que apresentarem oportunidade.

2. REVISÃO TEÓRICA

Segundo Konieczka (2007, p. 173)

O objetivo prioritário de cada procedimento analítico é obter informações confiáveis e, tanto quanto possível, completas sobre o objeto pesquisado com base nos resultados da medição a partir da análise da amostra coletada. (Konieczka, 2007, p. 173).

Dessa forma, Konieczka separa, as duas condições básicas listadas abaixo devem ser cumpridas:

- a composição de uma amostra coletada deve espelhar a composição do objeto analisado (requisito da amostra representatividade);
- um resultado de medição deve refletir o verdadeiro conteúdo do analito na amostra analisada (requisito de medição confiabilidade).

Os resultados são obtidos a partir da aplicação de ferramentas analíticas adequadas (procedimentos analíticos e equipamentos de medição) e, essas ferramentas devem estar adequadas ao trabalho. Sendo que, a garantia da qualidade de suas medições é obtida a partir da verificação da confiabilidade do equipamento e determinação de uma faixa de aplicabilidade de um determinado procedimento analítico. Konieczka (2007) ainda garante que o resultado de uma medição só é confiável se sua rastreabilidade e incerteza foi determinada. Dessa forma o sistema QA/QC (controle da qualidade e garantia da qualidade) para procedimentos analíticos procura satisfazer ambas as condições.

Um programa de garantia e controle da qualidade, QA/QC (*Quality Assurance and Quality Control* em inglês) em um empreendimento mineiro deve ser implantado de forma robusta, com base não apenas em princípios da estatística clássica, mas também na geoestatística e principalmente na teoria da amostragem de materiais fragmentados de Pierre Gy (TOS - *theory of sampling* - Teoria da amostragem).

Segundo Francois-Bongarcon (2004), apud Bortoleto, Chiregati e Oliveira (2017, p. 1) “existe uma ligação muito forte entre a geoestatística e a TOS, de modo

que uma não pode ser compreendida em sua totalidade sem a outra”. A base da geoestatística é a curva do variograma de Matheron e sua modelagem. Erros de amostragem afetarão seu salto de descontinuidade na origem, o famoso “efeito pepita”. É uma das principais conquistas do TOS, que essa contribuição pode ser avaliada em todos os seus componentes (o efeito pepita consiste em todos os erros incorretos - bem como todos os erros de amostragem corretos, aos quais é adicionado o erro analítico total). Esta ligação indireta, bastante prática, entre TOS e geoestatística é bem conhecida e forma a base de um primeiro entendimento poderoso das incertezas totais do sistema de medição na prática (FRANCOIS-BONGARCON, 2016).

As teorias de Gy e Matheron precisam uma da outra, na verdade elas se complementam perfeitamente. Juntos, eles oferecem ao profissional de amostragem a paleta completa de ferramentas de estudo de variância, de escalas muito pequenas a muito grandes. Eles são inseparáveis. Cada um está incompleto sem o outro. Juntos, eles capacitaram o praticante de ciências da terra com uma capacidade de modelagem incrivelmente eficiente (FRANCOIS-BONGARCON, 2016).

Aliado aos conceitos de geoestatística e amostragem, o método QA/QC baseia-se em elementos específicos de um sistema de controle de qualidade e garantia da qualidade usado para obter resultados analíticos. A seguir, a figura 1 ilustra elementos de controle que sustentam a base de um procedimento analítico válido, verificável e conseqüentemente confiável:

FIGURA 1: Posições dos elementos de controle de QA/QC.



Fonte: Konieczka (2007, p. 174).

A seguir, elementos chaves que tornam o processo analítico rastreável, confiável e verificável:

- Aplicação de materiais de referência: A determinação de validação dos procedimentos analíticos só é considerada possível a partir da determinação dos materiais de referência ou da comparação entre os resultados obtidos e os materiais de referência, sendo assim, os materiais certificados de referência apropriados para o projeto são condições indispensáveis na condução do protocolo/programa QA/QC. Este elemento, aliado a um procedimento analítico validado, garante a rastreabilidade do método.
- Comparação interlaboratoriais: Permite determinar a reprodutibilidade e robustez dos valores certificados através das comparações entre seus resultados.
- Método de validação: Deve ser aplicado e reproduzido observando a maior precisão, padronização e reprodutibilidade possível (ou seja, validado).
- Medindo incertezas: Os resultados de pesquisa são considerados confiáveis a partir da obtenção de procedimentos analíticos validados incluindo o uso de materiais certificados de referência e comparação interlaboratoriais.
- Garantia da rastreabilidade da medição: A garantia da rastreabilidade da medição é uma condição necessária que, quando cumprida, resulta em resultados comparáveis obtidos a partir de diferentes lugares e apresenta um padrão de repetibilidade. Ou seja, não é um procedimento que depende somente de um operador, um equipamento etc. (Konieczka (2007)).

A seguir, figura apresenta uma síntese resumida das siglas, na prática:

FIGURA 2: Síntese QA e QC



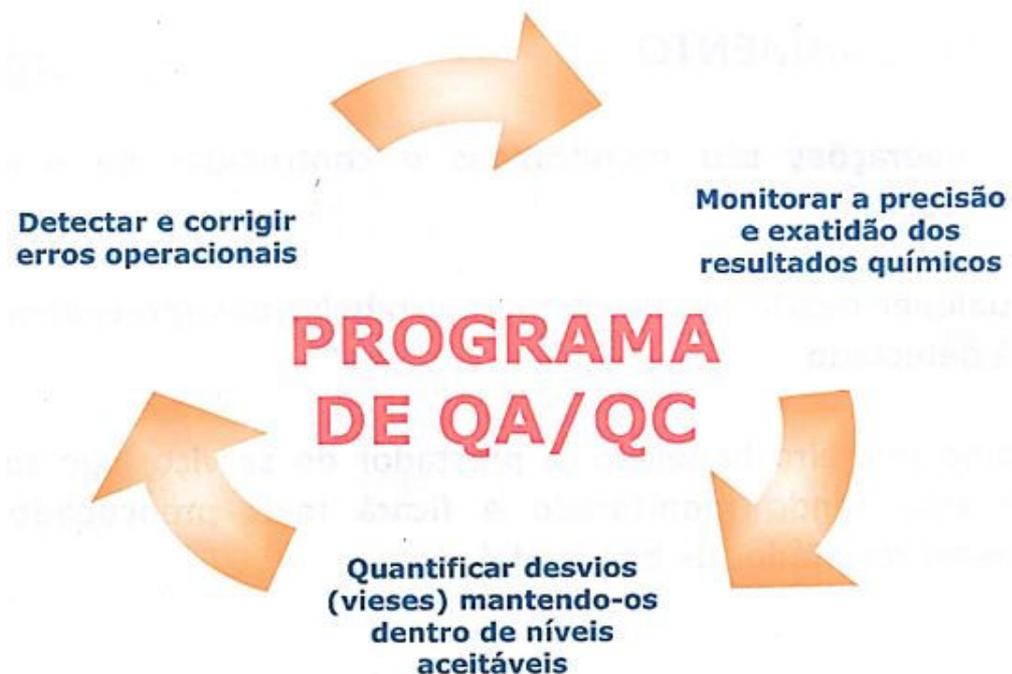
Fonte: Instituto Minere (2016, p.26)

Em resumo, a garantia da qualidade (QA) define-se como o conjunto de processos e produtos que objetiva demonstrar, comprovar e quantificar o grau de confiabilidade dos dados, enquanto o controle de qualidade (QC) define-se pelo conjunto de procedimentos ou ações que objetiva manter o nível desejado de qualidade dos dados.

Segundo Konieczka (2007) o termo dados confiável está intimamente relacionado à qualidade dos dados. Isto é, a qualidade de uma medição e seu controle e garantia que permitem determinar e provar a confiabilidade da medição.

Diferentes aspectos da qualidade têm significados específicos nas análises. A figura 3 apresenta os principais objetivos de um programa QA/QC:

FIGURA 3: Principais objetivos de um programa de QA/QC.



Fonte: Instituto Minere (2016, p. 37).

O desconhecimento da qualidade dos dados pode levar a riscos mal gerenciados que por sua vez podem gerar transtornos de natureza diversa em um empreendimento. Contudo, cabe ressaltar que a metodologia QA/QC é uma metodologia não exata e tem sido aprimorada através dos anos e se tornado cada vez mais importante dentro da indústria.

3. ESTUDO DE CASO

3.1 A empresa

A empresa X, onde este estudo foi realizado, é uma empresa líder internacional de produtos, sistemas e serviços refratários com uma receita de 3,1 bilhões de EUR (Euros/2018 – resultado disponível no site da empresa) e possui atualmente duas unidades operacionais na cidade de Uberaba - MG . Sendo uma responsável pela extração, beneficiamento e concentração do minério e uma segunda unidade responsável pela calcinação deste mineral e envio para uma outra unidade onde o processo segue até sua fase final, o material refratário.

Somados, o número de colaboradores nas unidades de Uberaba chega a 111 (diretos e indiretos) na data desta pesquisa (maio 2021).

Atualmente o setor de pesquisa mineral (gerenciado pelo setor de Pesquisa e Desenvolvimento – P&D) é o responsável por autenticar a confiabilidade dos dados gerados a partir de orientações procedimentadas com informações internas da própria empresa. Este processo adotado pela empresa denomina-se programa QA/QC que significa garantia da qualidade e controle da qualidade.

3.1 Indicadores de desempenho

Toda informação gerada a partir da pesquisa mineral dentro da empresa X obedece a um procedimento operacional para cadastro dos dados no seu software de banco de dados (atualmente o banco de dados utilizado pela empresa é o GDMS, da empresa Datamine). Os dados deverão ser registrados no sistema GDMS de acordo com o tipo de analito (entende-se por analito uma substância ou componente químico em uma amostra, que é alvo de análise em um ensaio e aqui será denominado como analito A) e *alvo/target* (entende-se por *alvo/target* o nome dado pela empresa a diferentes áreas, que são suas posições geográficas, as quais trabalha) seguindo uma orientação alfanumérica padrão.

Na prática da pesquisa operacional são realizados furos de sondagem obedecendo um espaçamento/malha (20x20m ou 80x80m) que vai de acordo com o objetivo da campanha (entende-se por campanha um projeto de pesquisa com data definida para início e fim de trabalho em uma área). O processo de pesquisa e coleta das amostras provenientes da sondagem é realizado de forma manual através de um trado (ferramenta manual que consiste em uma haste de 1m, uma cruzeta de 40cm e uma rosca de duas polegadas e meia, cujo objetivo é recuperar/retirar amostras do solo) desenvolvido e aprimorado pela empresa e pode obter diferentes profundidades (5m e 15m) de acordo também com o objetivo da campanha.

Após a finalização de cada furo são formadas amostras que obedecem a uma profundidade padrão que varia de 25 a 75cm de acordo com a definição do fiscal que supervisiona a sondagem tendo como base o tipo de característica geológica deste material. Em seguida, a partir da obtenção dessas amostras originais, (entende-se como amostras originais todas as amostras extraídas *in loco*,

ou seja, provenientes do solo), são inseridas amostras de controle de qualidade e unidas as amostras originais.

Por fim, as amostras são colocadas em um gabarito onde são identificadas com nome individual para cada amostra e um registro fotográfico é feito. Ao compor um volume total de 50 a 150 amostras, é fechado um lote/*batch* e então seguem o destino para os laboratórios de análise que também tem suas atividades coordenadas a partir de um procedimento operacional interno e, ao finalizarem as análises, os laudos contendo os resultados são enviados de volta para o setor de P&D.

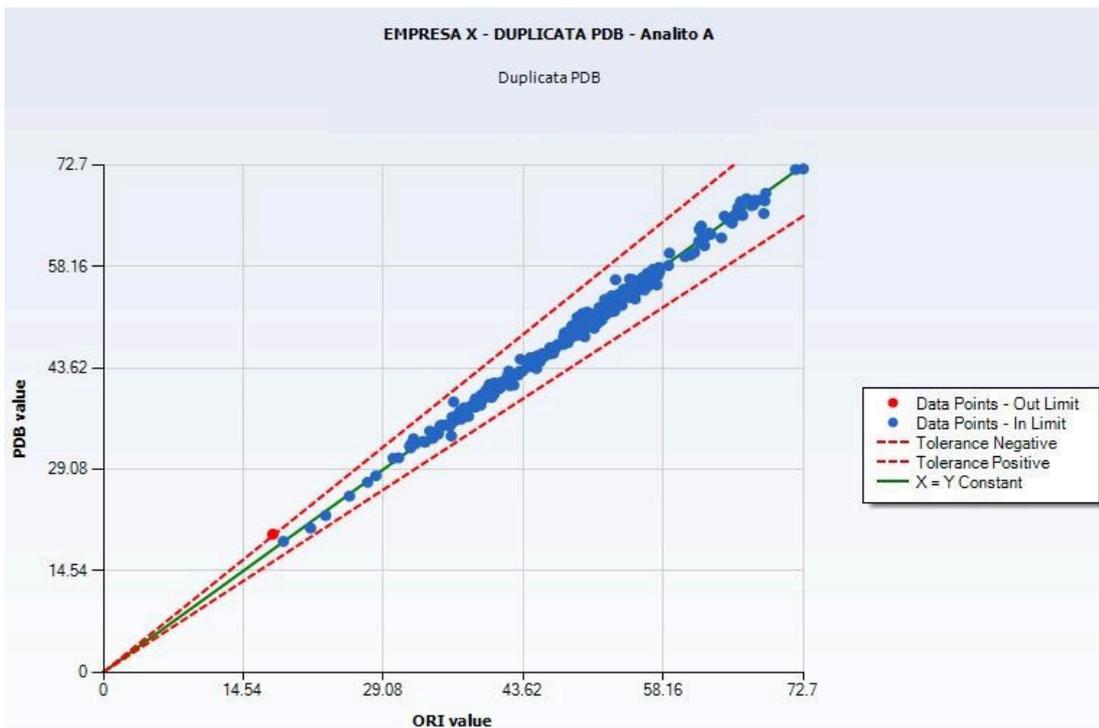
Após recebimento das análises através do laudo, os resultados são importados para o sistema GDMS e então o trabalho de validação da qualidade desses resultados começa. Deve-se observar que este método não visa detectar a riqueza ou não dos teores de cada amostra e sim avaliar se as análises recebidas estão com os parâmetros de qualidade aceitos para então seguir as etapas de avaliação de teores e geologia.

3.1.1 Amostras de controle de qualidade

A fim de garantir a efetividade das medições é necessário a inserção de materiais certificados, realizar comparações interlaboratoriais, validar seu método de trabalho e medir suas incertezas e rastreabilidade no método aplicado. Para satisfazer determinadas condições, a empresa X adota como procedimento o uso das amostras de controle citadas abaixo:

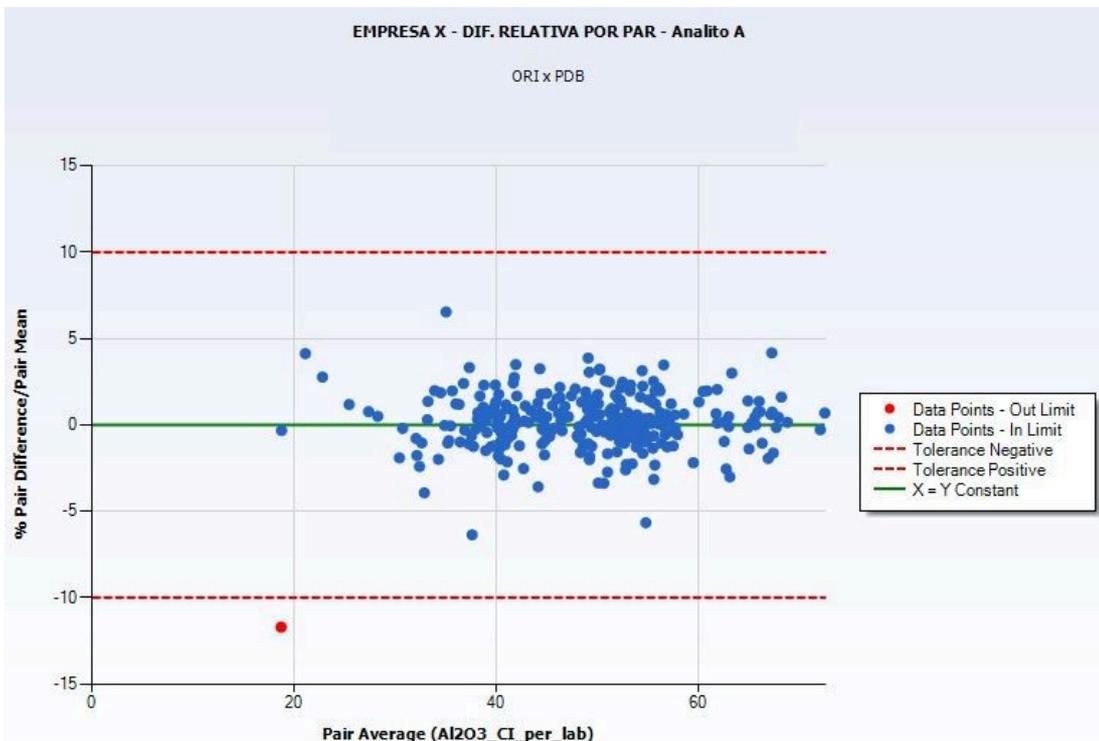
- I. Duplicatas primária e secundária (PDB e PDS): amostras de duplicatas são amostras gêmeas (ou cópia) de uma fração da amostra original (ORI) e inserida cegamente no plano amostral. O objetivo desta amostra é ser avaliada a partir dos resultados obtidos e comparar os resultados entre amostra original (amostra *in loco*) e amostra duplicada. Geralmente, a amostra PDB é enviada para um laboratório externo (primário) e a amostra PDS para outro (secundário). Para estas amostras, é apresentada a diferença absoluta e a diferença relativa entre os teores). As figuras 4 e 5 a seguir trazem exemplos de resultados analíticos observados dentro do método em suas respectivas diferenças absolutas e relativas. Através dos gráficos é possível concluir que uma amostra (ponto vermelho) está fora do limite de detecção esperado pela empresa.

FIGURA 4: Gráfico PDB da avaliação diferença absoluta (amostra PDB x ORI).



Fonte: Banco de dados Datamine - GDMS (2021).

FIGURA 5: Gráfico PDB da avaliação diferença relativa (diferença % x média do par).

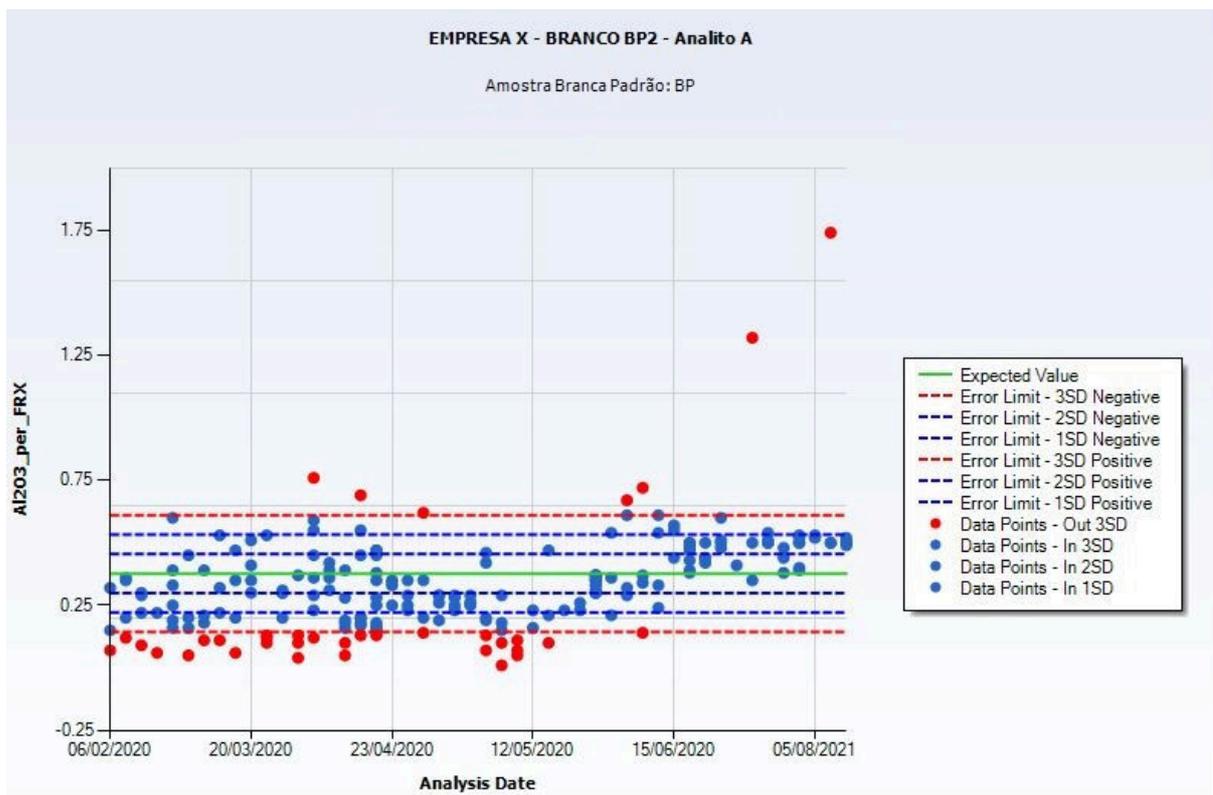


Fonte: Banco de dados Datamine - GDMS (2021).

- II. Branco de Projeto (BP): amostras de Branco de Projeto são amostras que possuem um alto teor de determinado analito que não é encontrado com a mesma abundância na amostra original (ex.: neste trabalho é citado analito

A como analito de referência, sendo a amostra Branca, uma amostra que deve constar um alto teor do analito S) cujo objetivo dessa amostra é detectar falhas como troca de amostras e contaminação e é avaliada a partir da observação dos seus resultados e comparação do teor apresentado com os limites de especificação esperados. A figura 6 a seguir apresenta a análise comparativa entre teor absoluto de uma amostra onde os teores esperados de analito A são substancialmente maiores comparados ao analito S. Abaixo é possível observar a faixa de teores médios esperados pela empresa ($0.5 \pm 10\%$) e através do gráfico é possível concluir que, embora há desvios que estejam fora dos parâmetros de aceitação esperado, o resultado dessas amostras serão aceitados pela empresa como legítimas, pois não indica alto teor de contaminação e o fato de apresentarem resultados fora do esperado está ligado a não certificação da amostra enviada para os laboratórios.

FIGURA 6: Gráfico BP2 da avaliação diferença absoluta (amostra BP2 x ORI).

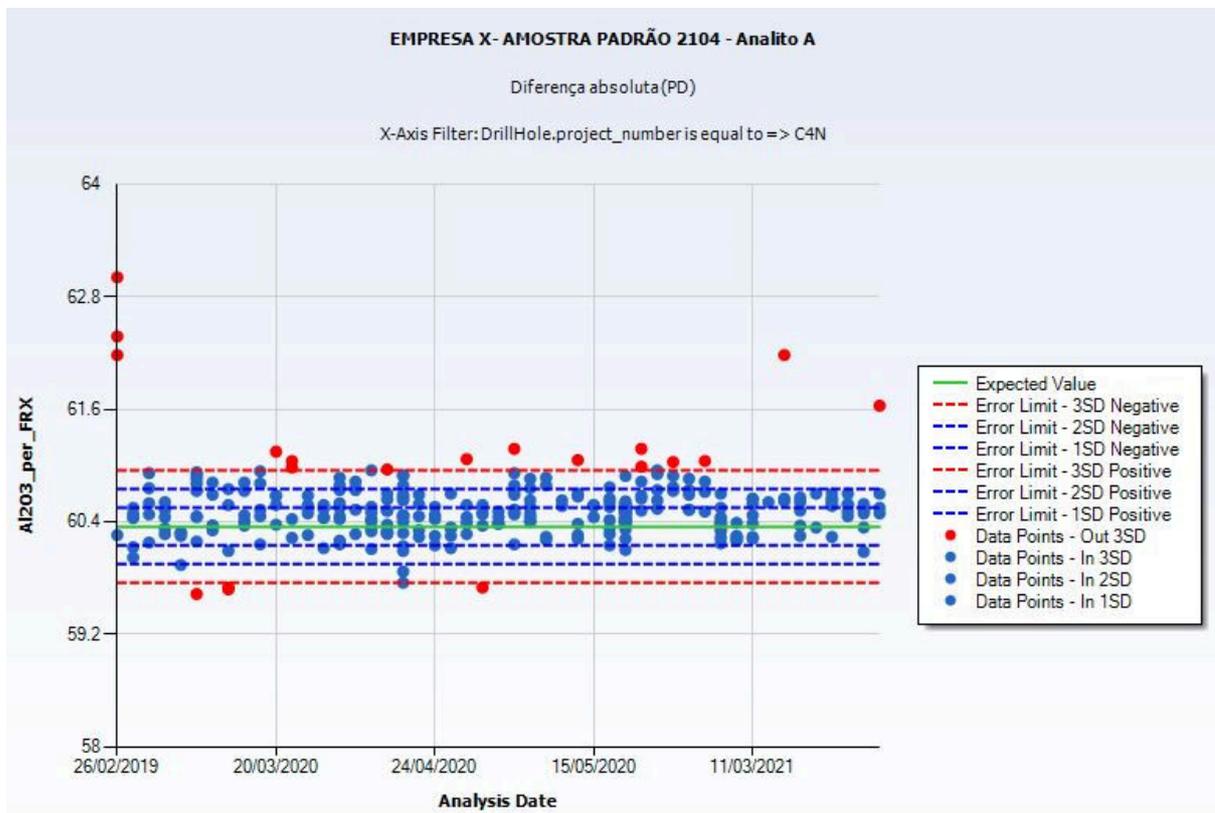


Fonte: Banco de dados Datamine - GDMS (2021).

- III. Padrão (PD): São amostras que possuem um teor conhecido e certificado por outros laboratórios autenticados (certificados) e reconhecidos no mercado de amostragem de matérias primas. Sendo essa amostra um dos

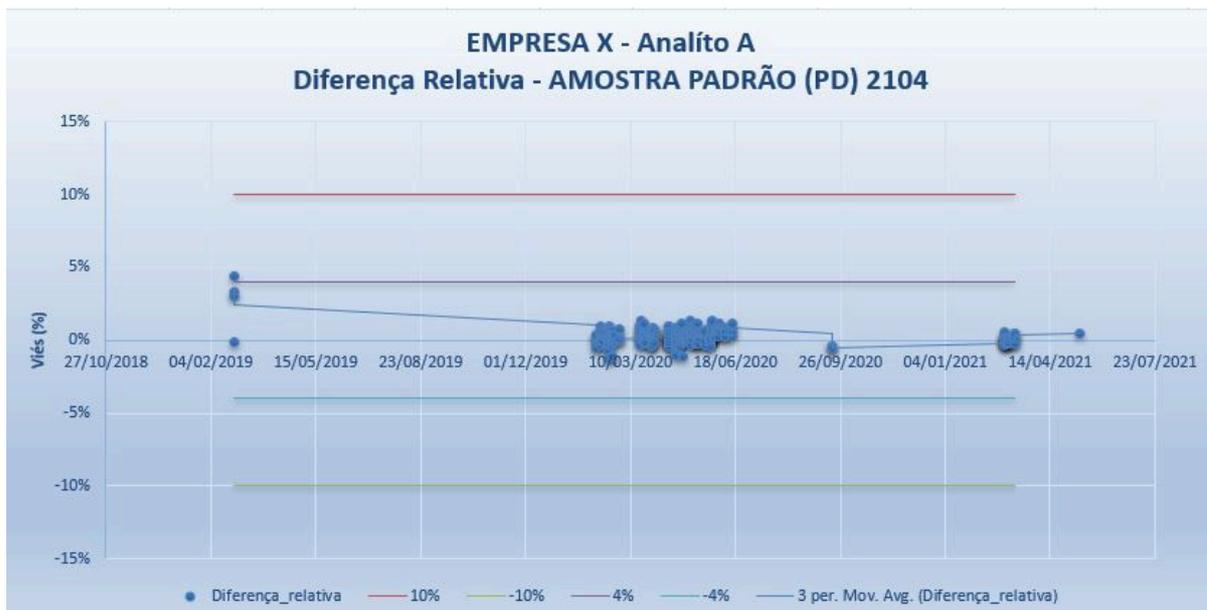
pilares de boas práticas estabelecidos no processo de rastreabilidade da medição, pois ela faz conexão entre resultados obtidos por diferentes laboratórios. Essa amostra é avaliada observando as diferenças absoluta e relativa dos resultados em comparação aos valores esperados. As figuras 7 e 8 a seguir apresentam resultados dos valores comparados entre as diferenças absolutas (FIGURA 7) e relativa (FIGURA 8), sendo o critério de determinação de falha a interpretação do responsável pela medição, onde são considerados o valor da amostra esperada e o desvio relativo médio. No caso dos gráficos abaixo, nota-se que apesar de alguns valores estarem fora da diferença absoluta de resultados (esperado $60.4 \pm 10\%$), os valores encontram-se dentro dos limites de aceitação para diferença relativa.

FIGURA 7: Gráfico PD2104 da diferença absoluta (teor real da amostra e valor esperado).



Fonte: Banco de dados Datamine - GDMS (2021).

FIGURA 8: Gráfico PD2104 da avaliação diferença relativa (diferença % x valor esperado).



Fonte: Banco de dados Datamine - GDMS (2021).

Abaixo segue o perfil esquemático de composição do plano amostral adotado pela empresa, mostrado na figura 9.

FIGURA 9: Distribuição de amostras de controle dentro do plano amostral.

1	11	21	31	41	51	61	71	81	91	101
2	12	22	32	42	52	62	72	82	92	102
3	13	23	33	43	53	63	73	83	93	103
4	14	24	34	44	54	64	74	84	94	104
5	15	25	35	45	55	65	75	85	95	105
6	16	26	36	46	56	66	76	86	96	106
7	17	27	37	47	57	67	77	87	97	107
8	18	28	38	48	58	68	78	88	98	108
9	19	29	39	49	59	69	79	89	99	109
10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110

ORI
Padrão (5%)
Duplicatas (5%)
Branco (3%)

Fonte: Empresa X, procedimento operacional de Protocolo QA/QC (2021).

Após o recebimento e importação de todos os resultados, o responsável pela execução da campanha também será o responsável pela avaliação da qualidade dos resultados que consistirá em avaliar cada uma das amostras de controle de qualidade inseridas no plano amostras e emitir relatório final sobre o desdobramento das análises da campanha vigente. Todo relatório é apresentado

a partir de cartas de controle e são avaliados seis analitos diferentes, sendo o analito A exemplificado neste artigo.

Ao final de cada campanha, todos laudos analíticos são avaliados pelo método QA/QC e um relatório contendo os gráficos de cada amostra de controle de qualidade em cada um dos analitos observados e, a partir da seleção dos *outliers* (pontos fora dos parâmetros de aceitação) é gerado um índice de rejeição das amostras. Este calculado a partir da diferença entre o número de amostras falhas com o volume total de amostras analisadas no relatório.

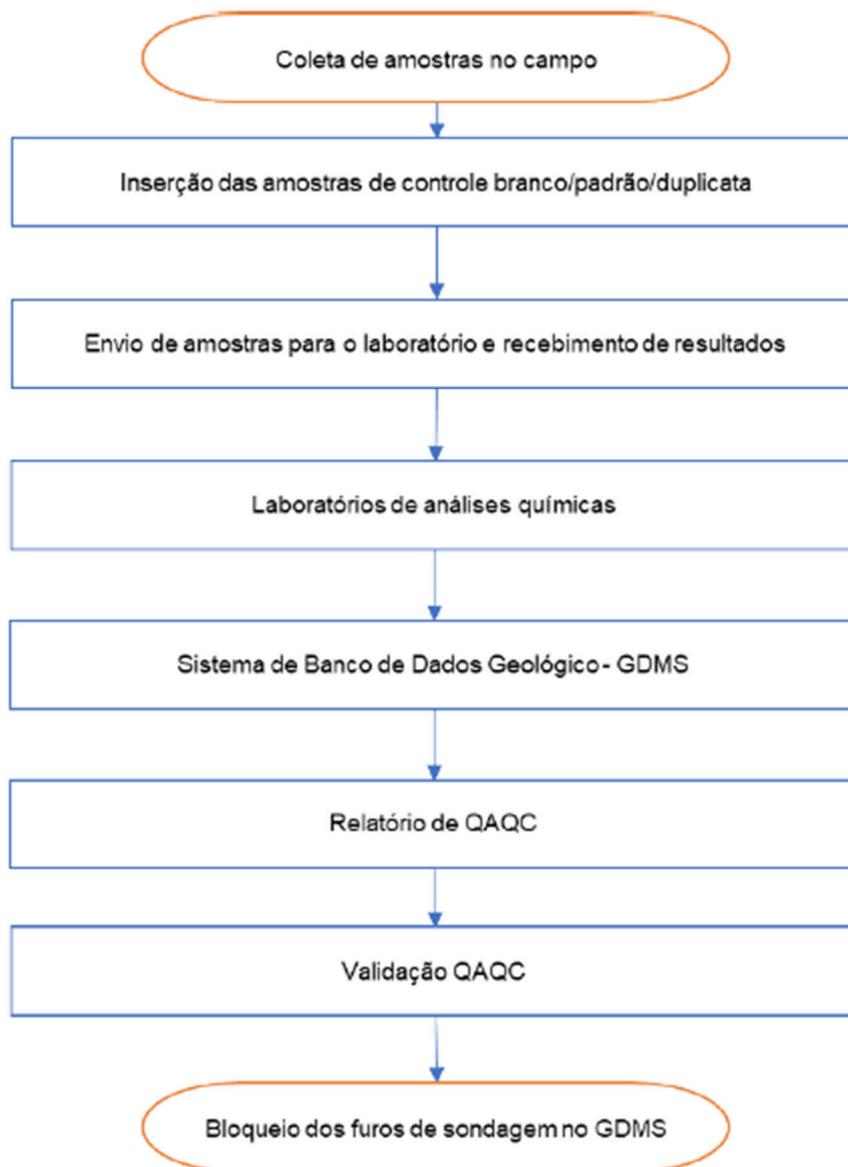
3.2 Programa QA/QC como rotina Operacional

Tendo como base todas as premissas técnicas e teóricas de avaliação dos resultados medidos pelo método QA/QC, o setor de P&D da empresa estabeleceu como prática a avaliação mensal dos resultados emitidos (início set/2020) pelos laboratórios aos quais a empresa tem relação direta de cliente interno. Na prática, são emitidos dois tipos de relatório: mensal (que consiste em análise dos resultados recebidos entre os dias 21 do mês anterior a 20 do mês corrente) e final (relatório consolidado que consiste em todas as amostras de um determinado alvo/*target*).

Geralmente, os relatórios mensais possuem amostras de diferentes alvos, pois as campanhas de sondagem atendem as demandas do setor de P&D e possuem datas de início e fim de acordo com a necessidade de informações de cada área e objetivo final de cada campanha. Já os relatórios finais de cada alvo possuem amostras já analisadas dentro do relatório mensal, porém o objetivo é evidenciar a qualidade de todas as amostras contidas no banco de dados do alvo e apresentar seus resultados positivos e negativos. É importante ressaltar que nos relatórios finais é objetivado o índice de rejeição de 0% das amostras do alvo, ou seja, espera-se que na conclusão das análises e reanálises nenhuma amostra ou resultado analítico esteja fora do padrão desejado.

Após a conclusão de todas as etapas, os resultados analíticos bem como todas as informações contidas a partir da pesquisa geológica são bloqueadas pelo administrador do banco de dados e as informações seguem o fluxo de trabalho para próximas etapas do processo de avaliação de recursos/reservas minerais. Todo fluxo operacional segue o esquema conforme figura 10 a seguir.

FIGURA 10: Fluxo operacional validação dos resultados analíticos.



Fonte: Procedimento operacional de Protocolo QA/QC, empresa X (2021).

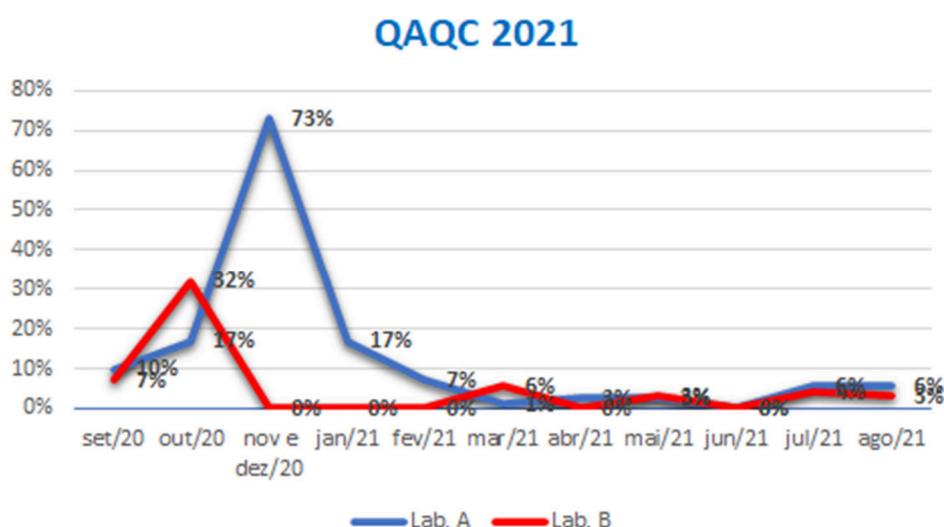
Como boa prática, a empresa determina que somente os dados avaliados nos relatórios mensais são reportados para as áreas afins. Pois a empresa possui dados de pesquisa que remetem a trabalhos ocorridos desde 2015 e, assim como os laboratórios, a equipe de pesquisa também promoveu inúmeras alterações em seus processos. Entende-se que avaliar números e resultados históricos promovem conhecimento das amostras falhas, mas esses dados não refletem em problemas atuais. Até a data de conclusão deste artigo os resultados obtidos pela empresa através da aplicação do protocolo de QA/QC apresentam os percentuais de falhas mostrados nas figuras 11 e 12 a seguir.

FIGURA 11: Tabela resumo resultados QA/QC (2021).

DATA QAQC	Lab. A			Lab. B		
	Resultados analisados	Resultados rejeitados		Resultados analisados	Resultados rejeitados	
	nº	nº	%	nº	nº	%
set/20	2377	236	10%	2377	161	7%
out/20	415	72	17%	415	133	32%
nov e dez/20	849	621	73%	849	0	0%
jan/21	706	120	17%	0	0	0%
fev/21	1220	90	7%	444	0	0%
mar/21	2866	29	1%	2157	123	6%
abr/21	959	25	3%	1586	0	0%
mai/21	935	26	3%	1756	54	3%
jun/21	734	0	0%	1179	0	0%
jul/21	1613	89	6%	1394	60	4%
ago/21	1556	88	6%	1693	52	3%

Fonte: Avaliação numérica de desempenho dos laboratórios elaborado pelo autor (2021).

FIGURA 12: Gráfico resumo resultados QA/QC (2021)



Fonte: Avaliação gráfica de desempenho dos laboratórios elaborado pelo autor (2021).

As análises do autor, contribuições e conclusões do estudo de caso são observadas no capítulo seguinte.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através do estudo de caso foi possível observar que, considerar os dados provenientes das análises recebidas dos laboratórios como suspeitos é uma prática que, sem ela, poderia acarretar incertezas no processo de modelagem geológica, pois o banco de dados poderia apresentar vieses em suas estimativas. Também foi possível observar que o método de sondagem atual fornece informações válidas e seus resultados podem ser avaliados e obtidos a partir de análises em

laboratórios externos onde são utilizados outros equipamentos e analisados por outros operadores, sendo essa, uma das boas práticas do protocolo QA/QC.

Conhecer, adaptar e implementar o protocolo QA/QC dentro da rotina operacional da empresa trouxeram inúmeros benefícios. Alguns desses benefícios são citados abaixo:

- O custo por amostra das análises fornecido pela empresa é de R\$38,09 considerando análise em dois laboratórios diferentes e o custo de envio. De setembro a dezembro de 2020 o custo de reanálises foi R\$46.584,07 em uma média mensal de R\$11.646,02, sendo o custo total de reanálises de janeiro a agosto de 2021 de R\$28.796,04 em uma média mensal de R\$3.599,50 (redução de aproximadamente 69%). A essa melhoria, é atribuída a implementação das análises e relatórios mensais com a contribuição do autor, tanto neste quesito quanto em todas as outras análises deste artigo;
- O tempo atribuído para reanálise de cada lote de amostra é de 21 dias, sendo assim, quanto menor o índice de rejeição mensal, mais rápido o tempo de resposta das análises. Em comparação aos últimos três meses de 2020 e os últimos três meses observados em 2021, o tempo de resposta das reanálises caiu de 21 para 5 dias úteis;
- A partir da implementação do relatório mensal e do *feedback* conduzido pelo autor para os laboratórios, é possível observar os pontos de melhorias em suas áreas ocorridos no mês e assim garantir melhorias no processo de análise. Sendo eles: calibração de equipamentos, detecção de falhas humanas dentre outros.;
- Não foram observadas resistências por parte de nenhum membro das equipes envolvidas na pesquisa operacional e nos laboratórios, o que tornou a implementação do protocolo mais prática e efetiva.

A partir do conhecimento adquirido pela construção desta pesquisa é possível indicar as seguintes falhas metodológicas relacionadas da implementação do protocolo na empresa:

- Nos relatórios mensais, são observados somente análises de uma duplicata, ou seja, duplicata PDB e, para garantir a eficácia do método é salutar garantir as análises interlaboratoriais, sendo elas, envios de duplicatas para laboratórios primários e secundários (PDB e PDS). Esta sugestão foi feita e

as análises estão em processos de envio, sendo seus resultados observáveis a partir do relatório previsto para o mês de outubro;

- O método de análise do laboratório A, é um método desenvolvido pela empresa e a partir dele é feito um cálculo com base nos demais analitos e então, descontado o valor observado neste método em todos outros analitos. A falha metodológica observada neste aspecto é que para ser realizada a comparação interlaboratorial, é necessária a padronização do método para garantir a duplicidade dessas análises a partir de outro laboratório. É sugerida a certificação do método;
- A amostra de controle BP2, inserida nos lotes de amostras das unidades de Uberaba, não possui certificação e, portanto, há uma variabilidade de teores, embora controlada. A sugestão é realizar compra de materiais certificados para este tipo de amostra de controle.

Concluindo, dois pontos de melhorias são sugeridos para estudo e análises futuras:

- Implementação do protocolo de QA/QC com base nos valores dos teores corrigidos a partir das análises recebidas pelo lab. A (possível melhoria estrutural);
- O protocolo QA/QC está somente implementado dentro das análises enviadas do setor de P&D, porém, outras análises são solicitadas dentro da unidade, como análises de lavra, de lotes, de processos. É sugerido a implantação do protocolo QA/QC também nestes processos.

Espera-se, através das sugestões e críticas metodológicas apontadas neste artigo, conseguir melhorias que promovam o índice de rejeição das análises a 0%. O impacto das falhas observadas neste artigo é suficiente para indicar possíveis modificações estruturais dentro do processo e até mesmo investimentos que promovam futuras melhorias. É possível também evidenciar que ambas as áreas são beneficiadas a partir da implementação dos protocolos de garantia e controle de qualidade na empresa, com resultados mais rápidos, confiáveis e precisos.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 8656-1: Produtos refratários – Amostragem de matérias-primas e produtos não conformados**. 2013.

MINERAÇÃO. *In*: DICIO, Dicionário Online de Português. Porto: 7Graus, 2021. Disponível em: < <https://www.dicio.com.br/mineracao/> >. Acesso em: 20/09/2021.

GERMANI, Darcy. **A mineração no Brasil**. Rio de Janeiro: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2002.

MINERAÇÃO em números. **IBRAM Mineração do Brasil**, 2021. Disponível em: < <https://ibram.org.br/mineracao-em-numeros/> >. Acesso em: 20/09/2021.

KONIECZKA, Piotr. The Role of and the Place of Method Validation in the Quality Assurance and Quality Control (QA/QC) System. **Critical Reviews In Analytical Chemistry**, [S.L.], v. 37, n. 3, p. 173-190, 2 ago. 2007. Informa UK Limited.

BORTOLETO, Daniel Armelim; CHIEREGATI, Ana Carolina; OLIVEIRA, Raiza Cavalcante. OTIMIZAÇÃO DE PROTOLOCOS DE AMOSTRAGEM PARA MINÉRIO DE ALUMÍNIO. **Holos**, [S.L.], v. 6, p. 43-49, 5 dez. 2017. Instituto Federal de Educacao, Ciencia e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN). <http://dx.doi.org/10.15628/holos.2017.6379>.

FRANCOIS-BONGARCON, Dominique. Theory of Sampling and Geostatistics: a technical tribute to two geniuses. **Tos Forum**, [S.L.], v. 2013, n. 1, p. 31, 25 ago. 2016. IM Publications Open LLP. <http://dx.doi.org/10.1255/tosf.88>.