UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO

DEPARTAMENTO DE MINAS

Gerson Martins Bastos Júnior

Uso de Analisadores Químicos Online para

Controle de Processos na Concentração de

Minérios de Ferro

OURO PRETO – MG

Universidade Federal de Ouro Preto

Departamento de Minas

Gerson Martins Bastos Júnior

Uso de Analisadores Químicos Online para Controle de Processos na Concentração de Minérios de Ferro

Orientador: Prof. Dr. José Aurélio Medeiros da Luz

Ouro Preto – MG

Bastos Júnior, Gerson

Uso de Analisadores Químicos Online para Controle de Processos na Concentração de Minérios de Ferro / Gerson Martins Bastos Júnior. – 2010.

Pag. f., enc. : II.

Monografia (Especialização) -- Universidade Federal de Ouro Preto, 2009.

1. Analisador Químico Online 2. Concentração 3. Minério de Ferro

Gerson Martins Bastos Júnior

Uso de Analisadores Químicos Online para Controle de Processos na Concentração de Minérios de Ferro

Aprovada em 1º de Junho de 2010.

Prof. Dr. José Aurélio Medeiros da Luz- UFOP/Demin <Título><Nome> – <Instituição> <Título><Nome> – <Instituição>

Dedicatória

Dedico este trabalho aos meus maiores professores, mestres no exemplo, pessoas maravilhosas que pouco homenageei se comparado ao quanto o merecem. Dedico aos meus amados pais, Gerson Martins Bastos e Iris Clemente Bastos.

Agradecimentos

Ao fim de toda jornada é sempre importante olhar para trás e agradecer a todos aqueles que direta ou indiretamente nos ajudaram no percurso.

Agradeço a Deus por me acompanhar em mais esta empreitada.

À Mari, minha namorada, à minha família e aos meus amigos por compreenderam a minha ausência nos fins de semana de aula e nas noites de estudo.

Ao Barbosa, Débora, Cacá e Nina pela hospitalidade e por me ajudar a suportar melhor a saudade da minha família.

À UCC, Universidade Corporativa Chemtech, pelo apoio financeiro e aos meus gerentes Frederico Medina e Widson Reis por me indicarem como merecedor de receber tal suporte.

Ao Leandro Russo, Magno Araújo e Tiago Caixeta, meus colegas de trabalho, colegas de curso e acima de tudo grandes amigos do peito.

Aos meus colegas de classe por compartilharem suas experiências e enriquecerem as aulas com interessantes discussões.

À Márcia Brandi, minha psicóloga, por ter me ajudado a segurar a barra nos períodos mais conturbados.

Ao Rafaello Croce da Minerconsult, Waldeir Pinheiro da ECM e Leonardo Silva da Vale por me ajudarem a enxergar que eu estava na parede errada.

A todos os mestres que passaram pela minha vida, desde a Escola Estadual Dr. José Grossi, passando pela Escola Estadual Abre Campo, Colégio Equipe de Rio Casca, UFMG e enfim UFOP.

Aos dedicados professores que também vieram de norte a sul do país para nos oferecer seu valioso conhecimento.

À UFOP e à ABM, principalmente ao Prof. Fabiano e ao Prof. Carlos Alberto por planejarem e gerenciarem brilhantemente este curso.

E especialmente ao meu orientador, o Comandante José Aurélio, pela paciência quando dela precisei.

"If the ladder is not leaning against the right wall, every step we take just gets us to the wrong place faster"

> "There are three constants in life... change, choice and principles."

> > Stephen R. Covey

Resumo

O minério de ferro concentrado é a principal matéria prima utilizada na indústria siderúrgica para a fabricação do aço. O minério como encontrado na natureza não atende aos exigentes padrões de qualidade e então deve ser lavrado e beneficiado antes de abastecer a siderurgia em forma de granulados, pelotas ou sínter. Os circuitos de concentração são os responsáveis finais por atingir tais especificações por meio da remoção da ganga. Em circuitos de concentração existe uma dicotomia entre teor do concentrado e recuperação mássica. Para otimizar a relação entre essas duas condições conflitantes, utilizam-se de instrumentação, atuação e sistemas de controle adequados à operação de concentração. O presente trabalho apresenta o processo de beneficiamento do minério de ferro com foco na concentração e as ferramentas utilizadas no controle de processo e otimização da relação teor x recuperação.

Palavras-chave: Analisador Químico Online. Concentração. Minério de Ferro.

Abstract

Iron ore concentrate is the main raw material used in the steel industry. The ore as found in nature does not meet the quality requirements and then must be mined and dressed to be used in steel plants as natural pellet ore, pellet or sinter. The concentration circuits are charged for achieving these specifications through the gangue removal. In concentration circuits, there is a tradeoff between concentrate grade and recovery. To optimize the relationship between these two conflicting conditions, it is necessary the use of instrumentation, actuation and control systems suitable to the concentration operations. This paper presents the process of iron ore dressing focusing on concentration and the tools used in process control and optimization of the grade x recovery relationship.

Keywords: Online Chemical Analyzer. Concentration. Iron Ore.

Lista de Ilustrações

Figura 1: Circuito simplificado de beneficiamento mineral2
Figura 2: Reatores utilizados na flotação (a) Coluna de Flotação e (b) Célula de
Flotação (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006)9
Figura 3: Classificação dos minerais quanto à susceptibilidade magnética10
Figura 4: (a) Campo magnético uniforme (b) Convergente (c) Interposição de
material não magnético para a criação de um campo convergente (WILLS e
NAPIER-MUNN, 2006)11
Figura 5: Desenho esquemático do concentrador Jones (WILLS e NAPIER-MUNN,
2006)12
Figura 6: Separador magnético de tambor de baixa intensidade (WILLS e NAPIER-
MUNN, 2006)
Figura 7: Princípio de funcionamento simplificado de um jigue (WILLS e NAPIER-
MUNN, 2006)
Figura 8: Representação esquemática de um jigue do fabricante Allmineral18
Figura 9: (a) Concentradores espirais Humphreys. (b) Ilustração do princípio de
concentração em espirais (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006)20
Figura 10: Circuito de flotação com etapas rougher, cleaner e scavenger e possíveis
locais de amostragem para análise química online. Adaptado de (OUTOTEC, 2008).
21
Figura 11: Circuito de flotação complexo. Adaptado de (OUTOTEC, 2008)22
Figura 12: Representação esquemática de uma malha de controle de pH na flotação.

Figura 13: Desenho esquemático de uma coluna de flotação28
Figura 14: Objetivo final de um sistema de controle de processos: o controle
regulatório estabiliza o processo em torno de uma condição ótima definida pelo
controle avançado (THWAITES, 2007)
Figura 15: Curvas de recuperação x teor em marrom e curvas isoeconômicas em
azul. Adaptado de (LAHTINEN, 2004)
Figura 16: Esquema genérico de um analisador PGNAA (PROCTOR, 1999)42
Figura 17: Um espectro típico de raios gama de alta energia (FOSTER, 2004)43
Figura 18: Espectro com respostas padrão para Fe, Si e Ca (FOSTER, 2004)44
Figura 19: Comparação entre espectro e aproximação por regressão linear múltipla
(FOSTER, 2004)
Figura 20: Espectro de energia de uma fonte de nêutrons (GLASCOCK, 2010)45
Figura 21: Diagrama ilustrando o processo de captura de nêutrons térmicos por um
átomo (GLASCOCK, 2010)46
Figura 22: Diferenciação esquemática entre captura do nêutron e espalhamento
inelástico (VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001)47
Figura 23: Seqüência de eventos do gerador de nêutrons pulsado
(VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001)51
Figura 24: Diagrama esquemático de um experimento de XRF convencional
(OLIVEIRA, 2000)
Figura 25 : Esquema genérico de um experimento de XRF adaptado de (OLIVEIRA,
2000)
Figura 26: Ilustração do Efeito Fotoelétrico (OLIVEIRA, 2000)55
Figura 27: Diagrama de níveis de energia de raios X do Cu (FREITAS, SOUZA e
BOSSOIS)

Figura 28: Espectro filtrado absorvido de uma amostra de Cu (PHYWE SYSTEME
GMBH)56
Figura 29: Análise do espectro utilizando-se dos métodos WDS (acima) e EDS
(abaixo) (OUTOTEC, 2008)58
Figura 30: Representação esquemática do processo de amostragem Courrier
(OUTOTEC, 2008)61
Figura 31: Representação esquemática da montagem de campo Courrier
(OUTOTEC, 2008)
Figura 32: Sistema MSA63
Figura 33: Ajuste sucessivo do atraso de detecção com atraso ótimo em 10
microssegundos, quando os picos do espectro se tornam mais estreitos (APPLIED
PHOTONICS, 2001)65
Figura 34: Figura ilustrando que o método pode ser aplicado em amostras sólidas,
líquidas e gasosas (APPLIED PHOTONICS, 2001)65
Figura 35: Diagrama esquemático ilustrando o princípio LIBS. Nesta aplicação foi
utilizado um cordão de fibra para análise remota (APPLIED PHOTONICS, 2001)65
Figura 36 : Protótipo LIBS para análise de polpa: (A) Módulo de emissão, detecção e
análise. (B) Módulo de amostragem duplo com bomba para agitação da amostra
(BARRETTE e TURMEL, 2001)67
Figura 37 : Gráfico comparativo dos resultados obtidos para a concentração de Sílica
pelo protótipo LIBS e por análises de laboratório (BARRETTE e TURMEL, 2001)69
Figura 38: Sistema de medição do teor de sílica da Samarco (SILVA, 2005)71
Figura 39: Comparação entre resultados de laboratório e o sistema de análise de
imagens (SILVA, 2005)72

xiv

Figura	40: Espectro	detectado	por XRI	D identificar	ndo as	quantidades	de He	matita e
Magne	tita na amostr	a (BONVIN	N, YELLE	EPEDDI e B	UMAN	, 2000)		73

Lista de Tabelas e Quadros

Quadro 1: Malha de controle de nível de interface28
Quadro 2: Malha de controle de injeção de ar29
Quadro 3: Malha de controle de água de lavagem29
Quadro 4: Malha de controle do percentual de sólidos
Quadro 5: Malha de controle de adição de soda cáustica na flotação
Quadro 6: Malha de controle de adição de amina na flotação
Quadro 7: Malha de controle de adição de amido na flotação
Quadro 8: Malha de controle da taxa de alimentação
Quadro 9: Malha de controle de intensidade do campo magnético
Quadro 10: Técnicas de NAA, suas emissões e radiações detectadas47
Quadro 11: Características do analisador LESA52
Quadro 12: Comparação entre Analisadores Baseados em XRF63
Quadro 13: Performance do sistema descrito em (BARRETTE e TURMEL, 2001)70
Quadro 14: Comparação entre os métodos de análise química online de polpas
utilizados no beneficiamento de minérios de ferro74

xvi

Sumário

1	Introdução1
1.1	Escopo do Trabalho1
1.2	Justificativa e Relevância1
1.3	Estrutura do Trabalho1
2	Processo de Beneficiamento do Minério de Ferro 2
2.1	Cominuição3
2.2	Classificação3
2.3	Concentração 3
2.4	Operações Auxiliares
3	Concentração do Minério de Ferro5
3.1	Flotação do Minério de Ferro5
3.2	Concentração Magnética do Minério de Ferro9
3.3	Concentração Gravítica do Minério de Ferro14
3.4	Estágios de Concentração20
4	Controle de Processos Aplicado à Concentração24
4.1	Controle Regulatório Clássico 24
4.2	Controle Avançado de Processos35
5	Analisadores Químicos Online
5.1	Benefícios da Análise Química Online na Concentração
5.2	NAA - <i>Neutron Activation Analysis</i> 41
5.3	XRF - <i>X-Ray Fluorescence</i> 53
5.4	LIBS - Laser-Induced Breakdown Spectroscopy63
55	Visão Computacional (SILVA, 2005)

5.6	XRD - X-Ray Diffraction	72
5.7	NMRS - Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy	73
5.8	Comparação entre Métodos de Análise Online	74
6	Conclusão	76
7	Bibliografia	79
8	Anexos	

1 Introdução

1.1 Escopo do Trabalho

O escopo deste trabalho compreende um estudo a respeito do uso de analisadores químicos online em circuitos de concentração de minério de ferro. Sendo assim, somente tecnologias e analisadores para polpas de minério de ferro são discutidos, apesar de o princípio de algumas tecnologias também ser utilizado na análise de granulados.

1.2 Justificativa e Relevância

O presente trabalho apresenta uma revisão bibliográfica a respeito das tecnologias disponíveis de analisadores online de polpas de minério de ferro e do uso dos resultados online em sistemas de controle de processo. Sendo assim, este trabalho é um material de consulta para aqueles interessados no uso de analisadores online como alternativa para otimização de circuitos de concentração de minério de ferro.

1.3 Estrutura do Trabalho

Após essa introdução, o processo de beneficiamento mineral é discutido de forma generalista. No terceiro capítulo, é apresentado um detalhamento das operações de concentração. Em seguida, apresenta-se uma introdução ao controle de processos aplicado às operações de concentração. No quinto capítulo, são estudadas tecnologias e soluções de analisadores químicos online disponíveis no mercado. No último capítulo, o trabalho é encerrado com uma conclusão a respeito do assunto abordado.

2 Processo de Beneficiamento do Minério de Ferro

O minério de ferro é mais comumente encontrado na natureza em sua forma silicatada, como uma combinação do mineral minério (Fe₂O₃ ou Fe₃O₄), ganga (SiO₂) e outras impurezas, como fósforo (P), alumínio (Al), Manganês (Mn), dentre outros. Antes que esse minério seja utilizado na usina siderúrgica, o mesmo deve ser beneficiado de modo a se obter baixos teores de ganga. O grau de contaminantes é tratado preventivamente pela lavra seletiva e corretivamente pela mistura de concentrados com mesma especificação, mas com grau de impurezas diferentes.

O processo convencional de beneficiamento do minério de ferro começa com a entrega do material pela frente de lavra à usina de beneficiamento, passando por operações de cominuição, classificação, concentração, manejo de concentrados e disposição de rejeitos (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006). A Figura 1 mostra um circuito simplificado de beneficiamento mineral.



Figura 1: Circuito simplificado de beneficiamento mineral.

2.1 Cominuição

A cominuição compreende as operações de redução de tamanho, seja para adequação granulométrica de um produto granulado natural, seja para a adequação a uma operação a jusante no processo. A britagem e a moagem são exemplos de operações de cominuição.

2.2 Classificação

A classificação tem como função categorizar por tamanho o material vindo de uma etapa de cominuição para garantir que apenas o material de uma determinada faixa granulométrica siga para a próxima operação de beneficiamento. O peneiramento e a ciclonagem são exemplos de operações de classificação.

2.3 Concentração

A concentração é a operação que de fato separa os grãos de ganga do mineral minério. Para que a concentração de minerais ocorra, três condições devem ser atendidas:

- Liberalidade: o mineral minério deve estar liberado da ganga, ou seja, cada grão de minério processado deve ser idealmente constituído em sua totalidade de uma única espécie mineral. A liberalidade deve ser garantida nas operações anteriores, de cominuição e classificação;
- Diferenciabilidade: o mineral minério deve ter propriedades físico-químicas que o diferencie da ganga, como densidade, susceptibilidade magnética, condutividade elétrica ou polaridade superficial dentre outras propriedades;

 Separabilidade Dinâmica: considerando-se as propriedades que diferenciam as espécies minerais envolvidas, deve-se criar um mecanismo que atue de forma distinta no mineral minério e na ganga, separando-os.

A concentração magnética, a concentração gravítica e a flotação são exemplos de operações de concentração.

2.4 Operações Auxiliares

O espessamento e a filtragem são operações auxiliares de desaguamento responsáveis pela adequação de produtos e rejeitos para seu armazenamento e transporte. Além disso, possibilitam o reaproveitamento de água de processo.

O manejo de minérios, de polpas, de concentrados e de rejeitos compreende as operações de transporte por tubulações, por correias transportadoras, por caminhões e por outros equipamentos. Essas operações auxiliares fazem a ligação entre duas operações de beneficiamento ou dispõem o material para armazenamento/embarque.

Uma vez exposto superficialmente o processo de beneficiamento do minério de ferro, o próximo capítulo trata especificamente das operações de concentração, tendo em vista que é nestas operações que o uso de analisadores online possibilita a otimização do processo.

3 Concentração do Minério de Ferro

Neste capítulo, são discutidas as principais operações utilizadas na concentração do minério de ferro do ponto de vista da diferenciabilidade e separabilidade dinâmica. Alguns equipamentos de concentração são discutidos assim como os estágios de um circuito de concentração e suas funções em relação ao circuito como um todo.

3.1 Flotação do Minério de Ferro

Atualmente, a flotação é o método mais importante e versátil para concentração de minérios. O usa da flotação permite a concentração de minérios de baixo teor antes considerados de beneficiamento economicamente inviável (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Na flotação, as partículas de mineral minério e ganga, uma vez liberadas e em suspensão na polpa processada, têm sua hidrofobicidade alterada pela adição de reagentes, criando diferenciabilidade entre as espécies envolvidas. A separabilidade dinâmica na flotação ocorre com a adição de bolhas de ar na polpa, causando o arraste de partículas de ganga hidrofobizadas e afundamento de partículas de mineral minério hidrofilizadas.

3.1.1 Liberalidade

A liberalidade na flotação deve ser garantida nas etapas anteriores do processo. Quanto mais liberado o material alimentado, menor será a quantidade de ferro envidada ao rejeito e menor a quantidade de sílica no concentrado. A granulometria que garante a liberalidade depende da natureza do minério é determinada em ensaios de caracterização mineral em tempo de projeto da usina de beneficiamento.

3.1.2 Diferenciabilidade (BALTAR, 2008)

A propriedade diferenciadora que viabiliza a flotação é a polaridade das superfícies das espécies envolvidas. Sendo a água polar e o ar apolar, superfícies polares são hidrofílicas enquanto superfícies apolares são hidrofóbicas.

A maioria dos minerais possui superfície polar, e, portanto hidrofílica. Porém é possível manipular uma superfície hidrofílica tornando-a hidrofóbica pela adição de reagentes químicos. A flotação, ao contrário de outros métodos de concentração, manipula a superfície hidrofílica do minério e, por isso, é uma operação cujo funcionamento se baseia nas propriedades químicas das espécies envolvidas.

Os reagentes envolvidos na operação de flotação são os seguintes:

- Coletores: são agentes que se caracterizam por ter uma molécula heteropolar com uma parte orgânica (apolar) e outra inorgânica (polar), de forma que se combinam com superfícies polares dos grãos minerais, deixando exposta a parte apolar e assim transformando uma superfície hidrofílica em hidrofóbica;
- Depressor: inibe a adsorção do coletor na espécie que não deve flotar, impedindo sua hidrofobização;
- Ativador: intensifica a adsorção do coletor na espécie a ser flotada;
- Regulador de pH: utilizados no controle do pH de modo a otimizar a eficiência do processo;

ISSN 1516-392X

- **Dispersante:** utilizados para evitar que partículas muito finas se aglomerem na superfície de partículas maiores ou formem aglomerados entre si;
- Espumante: atua diminuindo a tensão superficial da água e assim aumentando a estabilidade da espuma formada.

No beneficiamento de minérios de ferro, a rota mais utilizada é a flotação catiônica reversa, que utiliza a amina como coletor (embora exerça um papel secundário de espumante), amido gelatinizado como depressor e a soda cáustica como regulador de pH (ARAÚJO, PERES, *et al.*, 2006). A amina hidrofobiza os grãos nos quais a ganga predomina, o amido impede a hidrofobização dos grãos nos quais o mineral-minério predomina e a soda cáustica garante o controle do pH no ponto ótimo de ação do coletor.

3.1.3 Separabilidade Dinâmica

Uma vez que as superfícies dos grãos das espécies envolvidas foram modificadas para terem diferentes graus de afinidade com a água, o método de concentração da flotação é colocado em ação para a separação das espécies minerais.

Para que ocorra a separação, deve ser formado, na polpa a ser processada, um fluxo ascendente de bolhas de ar que devem se chocar com a polpa alimentada em contracorrente. A espécie a ser flotada passa pelas seguintes etapas (BALTAR, 2008):

- Colisão: uma partícula deve colidir com uma bolha de ar para ser flotada;
- Adesão: uma vez que a partícula tenha colidido com a bolha de ar, essa deve ter sua superfície hidrofobizada para se manter aderente à bolha;
- Transporte: a partícula é transportada junto à bolha, à qual está aderida, até o ponto mais alto do reator sendo direcionada ao flotado.

ISSN 1516-392X

A espécie não flotada, conseqüentemente, decanta e se acumula no fundo do reator e assim, por gravidade, é retirada continuamente do mesmo.

3.1.4 Reatores de Flotação

No beneficiamento de minérios de ferro, a rota de flotação mais utilizada é a flotação catiônica reversa, ou seja, o flotado é a ganga hidrofobizada e o afundado é o mineral-minério deprimido.

Em um reator de flotação, a polpa alimentada é previamente tratada com os reagentes que induzem a diferenciabilidade entre as espécies envolvidas. O material alimentado segue um fluxo descendente por gravidade e entra em contato com as bolhas de ar em contracorrente. A ganga hidrofobizada é flotada com as bolhas de ar e direcionada ao rejeito por transbordo enquanto o concentrado decanta e é recolhido pelo fundo do reator.

Células de flotação possuem agitadores, ao contrário das colunas que contam com água de lavagem da espuma para evitar o arraste mecânico de partículas hidrofílicas. Colunas têm uma razão altura/largura maior que as das células. As diferenças construtivas das colunas fazem com que sejam mais adequadas à flotação de finos e células são mais utilizadas na flotação de grossos. Apesar destas diferenças, o princípio de separação é o mesmo. A Figura 2 mostra esquematicamente dois tipos de reatores de flotação. Encontra-se na literatura outros tipos de reatores, mas esses dois são largamente os mais utilizados.



Figura 2: Reatores utilizados na flotação (a) Coluna de Flotação e (b) Célula de Flotação (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

3.2 Concentração Magnética do Minério de Ferro

A concentração magnética submete partículas de diferentes afinidades magnéticas a um campo magnético convergente induzindo diferentes trajetórias que possibilitam a concentração das espécies minerais.

3.2.1 Liberalidade

O mesmo que fora discutido para a flotação no item 3.1.1 é analogamente válido para a concentração magnética.

3.2.2 Diferenciabilidade

Os concentradores magnéticos utilizam as diferentes afinidades magnéticas dos minerais mais abundantemente presentes nos minérios de ferro.

Como mostra a figura 3, quanto à afinidade magnética, podem-se classificar os minerais dentro das seguintes categorias (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006):

- Paramagnéticos: são repelidos na presença de um campo magnético. O quartzo (SiO₂), ganga mais comum do minério de ferro, é um exemplo de mineral paramagnético;
- Diamagnéticos: quando expostos a um campo magnético, tendem a seguir uma rota no sentido do gradiente crescente. A hematita (Fe₂O₃) é um mineral paramagnético;
- Ferromagnéticos: caso especial dos paramagnéticos. Possuem alta suscetibilidade magnética. A magnetita (Fe₃O₄) é um mineral ferromagnético.

Sabendo-se então que ganga e mineral minério têm afinidades magnéticas opostas, essa diferenciabilidade pode, então, ser utilizada para a concentração de minérios de ferro, desde que campos magnéticos sejam aplicados de maneira apropriada para proporcionar a separabilidade dinâmica.



Figura 3: Classificação dos minerais quanto à susceptibilidade magnética.

ISSN 1516-392X

3.2.3 Separabilidade Dinâmica

Para que minerais de diferentes susceptibilidades magnéticas sejam separados, esses devem ser submetidos a campos magnéticos de modo que possam traçar rotas de deslocamento diferentes.

A Figura 4 (Figura 4) mostra um campo magnético uniforme. Um fluxo de material submetido a este campo tem suas partículas magnéticas orientadas com o campo, mas as mesmas não se movimentam pelas linhas de fluxo. Para que seja criado um campo magnético convergente, é necessário um pólo em forma de V, como mostrado na Figura 4 (b). Uma forma alternativa de se obter um campo convergente é fazer a interposição de materiais não magnéticos com o material magnético em um dos pólos como mostrado na Figura 4 (c) (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).



Figura 4: (a) Campo magnético uniforme (b) Convergente (c) Interposição de material não magnético para a criação de um campo convergente (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

O campo convergente pode ser de baixa ou de alta intensidade. A seguir serão discutidos equipamentos de diferentes intensidades de campos.

3.2.4 Separadores de Alta Intensidade (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006)

O concentrador magnético de alta intensidade mais utilizado na concentração do minério de ferro é o concentrador Jones. A Figura 5 mostra esse tipo de concentrador.



Figura 5: Desenho esquemático do concentrador Jones (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006). Esse concentrador é composto de uma grande estrutura circular com matrizes em sua borda. Essas matrizes são formadas por chapas metálicas dispostas paralelamente. A estrutura circular fica em constante movimento de rotação e no mesmo plano desta estrutura há um campo magnético formado por um eletroímã de grande intensidade.

O material é alimentado em um ponto de alta intensidade do campo magnético e passa pelas matrizes. A grande maioria das partículas diamagnéticas atravessa a matriz enquanto o material paramagnético adere à parede da matriz. ISSN 1516-392X

Com a rotação da estrutura circular, o material aderido passa por um jato de água de baixa pressão. Neste ponto, as partículas mistas e gangas remanescentes serão desprendidas da matriz.

A estrutura continua em rotação e o material é então submetido a um jato de alta pressão em um ponto onde o campo magnético é praticamente nulo. O material desprendido neste ponto é o concentrado.

Dessa forma, a alimentação é fracionada em três porções que serão direcionadas a outros estágios, ou poderão constituir rejeito/produto final dependendo da função do concentrador no circuito de concentração.

Pode-se variar a intensidade do campo magnético pela alteração da corrente de alimentação do eletroímã. Quanto maior a intensidade do campo, maior a recuperação, porém menor será a seletividade desta operação.

Minérios ricos em magnetita, mineral ferromagnético, costumam se acumular nas matrizes magnéticas do concentrador Jones. Sendo assim, quando necessário, o material deve então ser processado antes em concentradores de baixa densidade antes de ser processado neste tipo de concentrador.

3.2.5 Separadores de Baixa Intensidade (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006)

Os separadores magnéticos de baixa intensidade mais utilizados no beneficiamento do minério de ferro são os concentradores de tambor. Esses separadores têm algumas variações em seus detalhes construtivos, mas o princípio de funcionamento é o mesmo. A Figura 6 mostra um separador magnético de baixa intensidade.



Figura 6: Separador magnético de tambor de baixa intensidade (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Um cilindro de material não-magnético é mergulhado em um tanque com a polpa a ser concentrada. Na parte inferior do tambor, há um imã permanente que atrai as partículas ferromagnéticas e paramagnéticas. Essas partículas são descarregadas com a rotação do tambor pela aspersão de um jato de água numa região onde é reduzida a influência do campo magnético. As demais partículas seguem o fluxo e são descarregadas do equipamento por gravidade.

Para variar a intensidade deste tipo de concentrador, a distância entre o tambor e o fundo do tanque com a polpa é alterada.

3.3 Concentração Gravítica do Minério de Ferro

Os métodos de concentração gravítica são utilizados na concentração de vários tipos de minerais finos, em alguns casos com granulometria abaixo de 50 µm. O método de concentração gravítica perdeu relevância com o advento da flotação na

primeira metade do século passado, mas com o encarecimento do custo operacional da flotação, este método passou a ser novamente considerado. Apesar de todas estas mudanças de cenário, no beneficiamento do minério de ferro, este sempre foi o método de concentração mais utilizado (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Como não há controle de processo nos equipamentos de concentração gravítica, estes geralmente são utilizados como pré-concentradores de circuitos de concentração mais complexos compostos por flotação e separação magnética.

3.3.1 Liberalidade

O mesmo que fora discutido para a flotação no item 3.1.1 é analogamente válido para a concentração gravítica.

Vale acrescentar que o controle da granulometria na classificação antes da concentração gravítica deve ser rigoroso para minimizar os efeitos das diferenças de tamanhos, conforme será discutido adiante.

3.3.2 Diferenciabilidade

A propriedade diferenciadora utilizada na concentração gravítica é a densidade. Minerais diferentes têm densidades diferentes. Tomando o caso dos principais minerais encontrados do minério de ferro, a densidade, em g/cm³, da hematita é $\rho_h = 5 - 6$, da magnetita é $\rho_m = 5,5 - 6,5$ e do quartzo é $\rho_g = 2,65$. O minério de

ferro é, geralmente, processado utilizando-se a água como fluido, cuja densidade é $\rho_f = 1 \text{ g/cm}^3$, (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Para que ocorra uma separação gravítica eficiente, é necessário que haja uma diferença expressiva entre as densidades do mineral minério e mineral ganga. O

enunciado da seguinte forma:

$$CC = \frac{\rho_p - \rho_f}{\rho_l - \rho_f} \tag{1}$$

Onde ρ_p é a densidade do mineral de maior densidade, ρ_1 do mineral de menor densidade e ρ_f é a densidade do fluido. Para o caso do minério de ferro, tomando um pior caso para a hematita, temos a seguinte situação:

$$CC = \frac{5,5-1}{2,65-1} = \frac{4,5}{1,65} = 2,72 \tag{2}$$

De acordo com (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006), em termos gerais, um coeficiente de concentração maior que 2,5 possibilita uma separação relativamente fácil, que é justamente o caso da situação exemplificada.

3.3.3 Separabilidade Dinâmica

A separabilidade dinâmica é proporcionada pela aplicação de forças nas partículas do material beneficiado de modo que partículas de densidades diferentes tenham comportamentos diferentes. Além da gravidade, são aplicadas forças de resistência ao movimento em fluidos como água e ar (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Assim como a densidade influencia no comportamento das partículas, o tamanho e forma também influenciam. As partículas submetidas à concentração gravítica devem ser grossas o suficiente para se moverem no fluido de acordo com as leis de Newton para o escoamento turbulento. Quanto maior a granulometria do material processado, maior a eficiência da separação (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

Os equipamentos de separação gravítica aplicam forças que promovem a separabilidade dinâmica por diferentes métodos. Os dois métodos mais utilizados no beneficiamento de minério de ferro são discutidos nas seções a seguir.

3.3.3.1 Jigagem

O jigue é um equipamento que separa as espécies envolvidas por meio da pulsação periódica de um leito fluidizado. A granulometria do material processado na jigagem é relativamente grosseira, entre 3 e 10 mm. O princípio de funcionamento de um jigue pode ser explicado da seguinte forma simplificada:

- No instante inicial, as partículas estão em repouso na superfície do fluido;
- As partículas então iniciam o movimento de decantação sob influência da gravidade. Partículas de densidades diferentes sofrem acelerações diferentes;
- A partir de um determinado tempo, as partículas atingem suas velocidades terminais de decantação, que depende, além da densidade, do tamanho das partículas;
- O leito consolidado tende a se estratificar de forma que quanto maior as partículas e quanto maior suas respectivas densidades, essas se concentrarão nas camadas mais inferiores do leito;

O ciclo descrito se repete a cada ciclo de pulsação do leito. A ilustração de um ciclo se encontra na Figura 7.



Figura 7: Princípio de funcionamento simplificado de um jigue (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

O material processado passa por vários desses ciclos de modo que o leito avança pela extensão do jigue e se estratifica. A camada inferior do leito, composta do material mais denso é descarregada separadamente da camada superior, promovendo assim a separação dos minerais de densidades diferentes.

A Figura 8 apresenta uma ilustração de um jigue. Neste equipamento geralmente controla-se apenas a taxa de alimentação. A abertura da comporta de descarga é controlada mecanicamente pelo nível da interface entre os materiais de diferentes densidades. O nível de interface é inferido pela posição de um material de densidade intermediária como o destacado na figura supracitada.



Figura 8: Representação esquemática de um jigue do fabricante Allmineral.
ISSN 1516-392X

3.3.3.2 Concentração em Espirais

Na concentração em espirais, ocorre uma estratificação do leito como a descrita na seção anterior pelo escoamento do material em uma calha espiral. A Figura 9 (a) mostra concentradores espirais Humphreys. Como mostra a Figura 9 (b), neste leito estratificado, as partículas mais densas e maiores estarão nas camadas inferiores do leito.

Quando este leito escoa na superfície da espiral, esse é submetido a forças centrífugas. Quanto maior a massa das partículas, menor é a influência dessas forças centrífugas.

Sendo assim, as partículas que menos sofrem a ação da gravidade são justamente aquelas que se depositaram nas camadas inferiores. Desta forma, pode-se coletar o material mais denso que estiver escoando mais internamente na espiral, separandoo do material menos denso que escoa com um raio maior.

Para coletar o material em escoamento, utilizam-se placas ajustáveis que direcionam o material para um orifício no centro da espiral. Ao ajustar tais placas, quanto mais restrito for o raio de coleta, maior o teor do material coletado e menor a recuperação. Pode-se então variar o ângulo de coleta de forma que esse ângulo seja menos restrito nos níveis mais altos da espiral e mais restrito no nível mais baixo da espiral. Porém, esse ajuste de placas é feito manualmente e, portanto, assim como no caso dos jigues, a única variável a ser controlada é a taxa de alimentação.



(a)

(b)

Figura 9: (a) Concentradores espirais Humphreys. (b) Ilustração do princípio de concentração em espirais (WILLS e NAPIER-MUNN, 2006).

3.4 Estágios de Concentração

As operações de concentração geralmente não ocorrem em um único estágio. É comum que o material seja processado em mais de um estágio para garantir que o mineral minério tenha mais de uma oportunidade de seguir para o concentrado e que a ganga tenha mais de uma oportunidade de seguir para o rejeito.

Os estágios típicos de uma operação de concentração são (BALTAR, 2008):

- Rougher ou Desbaste: é o primeiro estágio de concentração e a sua prioridade é maximizar a produção. O rejeito deste estágio alimenta o estágio Scavenger e o concentrado alimenta o estágio Cleaner;
- Scavenger ou Recuperação: este estágio é alimentado com o material rejeitado nos demais estágios. O rejeito deste estágio é o rejeito final e o concentrado deste estágio pode alimentar um estágio Cleaner ou Rougher. A prioridade neste estágio é minimizar o teor de ferro no rejeito;
- Cleaner ou Limpeza: estágio que recebe o material previamente concentrado em outros estágios. A prioridade deste estágio é adequar o teor de ganga no concentrado às especificações do produto gerado.

Um circuito simples com os estágios descritos acima se encontra na Figura 10. Apesar de estarem representadas apenas células de flotação no circuito de concentração, é possível utilizar em um mesmo circuito células, colunas, concentradores gravíticos e magnéticos.



Figura 10: Circuito de flotação com etapas rougher, cleaner e scavenger e possíveis locais de amostragem para análise química online. Adaptado de (OUTOTEC, 2008).

Note que o número de células é diferente em cada um dos estágios ilustrados na Figura 10. Em cada estágio, o volume total define o tempo de flotação e esse volume pode ser dividido entre mais de uma célula desde que o volume somado seja equivalente. A decisão do número de colunas em cada estágio é tomada levando-se em consideração fatores técnicos e econômicos conforme detalhado em (BALTAR, 2008).

Variações do circuito mostrado na Figura 10 podem ocorrer, com o concentrado do estágio Scavenger alimentando o estágio Rougher. Encontram-se ainda circuitos mais complexos, como o mostrado na Figura 11, em que são utilizados mais de três estágios com características intermediárias às anteriormente discutidas.



Figura 11: Circuito de flotação complexo. Adaptado de (OUTOTEC, 2008). Sumarizando, de acordo com o que foi discutido, o objetivo final de um circuito de concentração é operar em uma condição que otimize simultaneamente a composição do rejeito/concentrado e a recuperação. Para que esta otimização seja possível, é necessário o monitoramento químico online dos fluxos de entrada e saída de material do circuito.

Existem diversas tecnologias utilizadas em analisadores químicos online. No capítulo 5 algumas dessas tecnologias utilizadas na análise online de polpas de minério de ferro são discutidas assim como os critérios de seleção entre as opções disponíveis.

Para que os resultados dessas análises químicas online possam ser utilizados no controle de processos, é preciso alimentá-los em um sistema de controle avançado que faça a otimização das condições operacionais. Esse assunto é tratado adiante no capítulo a seguir.

4 Controle de Processos Aplicado à Concentração

Neste capítulo, será descrito de forma generalista o controle automático de processos. Este trabalho não detalha nenhuma teoria de controle, mas explica de forma simplificada o princípio de funcionamento do controle regulatório de processos e do controle avançado de processos. Estratégias de controle típicas aplicadas aos circuitos de concentração são discutidas e servem como uma referência básica aos iniciantes no assunto.

4.1 Controle Regulatório Clássico

O controle regulatório de processos permite que uma determinada condição operacional de um processo industrial se mantenha automaticamente sem a necessidade de intervenção humana. Essa condição operacional é definida por uma variável de processo expressa em uma grandeza física, como uma densidade de polpa, o nível de um tanque ou a temperatura de um forno.

A manutenção de uma condição de processo através do controle regulatório se faz pelo monitoramento de tal condição, pela comparação dessa condição com a condição desejável e pela atuação no processo para corrigir eventuais desvios entre a situação real e a situação desejada.

Tomemos como exemplo a manutenção do pH em um equipamento de flotação. Conforme discutido na seção 3.1.2, para que os coletores trabalhem à máxima eficiência, é necessário que o pH da polpa esteja dentro de uma faixa controlada.

Sendo assim, o pH deve ser constantemente monitorado e caso este fique mais ácido que o desejado, uma solução (básica) de soda cáustica é adicionada no processo para correção. Neste caso, temos então uma malha de controle com a seguinte configuração:

- Condição Objetivada ou Set-Point (SP): pH desejado para a ação do coletor. Pode ser um valor fixo, definido pelo operador ou por um sistema de otimização;
- Variável Controlada ou Process Variable (PV): pH da polpa dentro da máquina de flotação;
- Desvio ou erro (e): diferença entre a condição de processo e a condição objetivada, ou seja, e = SP - PV;
- Variável Manipulada ou Manipulated Variable (MV): abertura da válvula de adição de soda cáustica.

O controle regulatório do pH então é feito da seguinte forma:

- 1. A PV é medida por meio de um instrumento medidor de pH;
- 2. O valor da PV é comparado com o SP, gerando um erro;
- Uma ação de controle é calculada em função do erro, o seja, um novo valor de MV é calculado:
 - a. Se o erro for nulo, ou seja, se a condição de pH do processo for igual à objetivada, a MV deve permanecer com o valor da iteração anterior e, consequentemente, a taxa de adição de soda cáustica não será alterada;
 - b. Se o erro for positivo, deve-se alterar a MV de modo a abrir a válvula e assim aumentar a taxa de adição de soda cáustica;

 c. Se o erro for negativo, deve-se diminuir a vazão de soda cáustica para o processo.

A comparação entre a condição de processo e a condição desejada assim como a ação de controle em resposta ao desvio é calculada em um computador de processo conhecido como CLP, Controlador Lógico Programável. Uma representação esquemática da malha de controle de pH na flotação se encontra na Figura 12 e ilustra o exemplo dado.



Figura 12: Representação esquemática de uma malha de controle de pH na flotação. Nas seções adiante, são descritas as malhas de controle regulatório típicas nas operações de concentração do minério de ferro necessárias para manter o processo em equilíbrio. Essas malhas de controle garantem que uma determinada condição de processo seja mantida ($PV \approx SP$) sem a necessidade da intervenção humana. Mais adiante, serão discutidas técnicas de otimização de processos que definem quais devem ser os valores de SP para algumas destas malhas de controle.

Não é objetivo deste trabalho rever toda a teoria de controle regulatório. Para um contato inicial mais detalhado sobre o assunto indica-se o trabalho publicado em (DEPARTMENT OF AUTOMATIC CONTROL LTH, 2010).

4.1.1 Controle Regulatório de Processos Aplicado à Flotação

Dentre as operações de concentração de minério de ferro, a flotação é com certeza o mais complexo e por isso existem várias variáveis de processo a se controlar e mais variáveis possíveis de se manipular. As próximas seções tratam das malhas de controle típicas de uma operação de flotação.

4.1.1.1 Controle de Nível de Interface (PERSECHINI, JOTA, *et al.*, 2001)(BALTAR, 2008)

O nível da interface polpa-espuma define a região onde termina a região de coleta e inicia-se a zona de limpeza em um equipamento de flotação, seja este uma coluna ou uma célula.

A zona de interface é a região onde ocorre a separação da ganga e do mineral minério. Na zona de coleta, concentra-se o mineral minério deprimido enquanto na zona de limpeza encontra-se a ganga hidrofobizada aderida as bolhas de ar formando uma camada de espuma.

A Figura 13 mostra esquematicamente uma coluna de flotação com suas zonas de coleta e limpeza. O mesmo é válido de forma análoga para células de flotação.



Figura 13: Desenho esquemático de uma coluna de flotação.

Em um processo de concentração, existe um compromisso entre a recuperação e o teor do concentrado. Aumentando-se se um destes, consequentemente, o outro é reduzido.

Aumentar o nível de interface e, consequentemente, aumentar a zona de coleta tem como efeito aumentar a recuperação metalúrgica. Reduzir o nível de interface melhora o teor do concentrado e reduz o teor de ferro no rejeito devido ao aumento da zona de limpeza. Aumentando a camada de espuma, reduz-se também o volume útil, reduzindo a produção.

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle de nível de interface.

Quadro 1: Malha de controle de nível de interface

SP	Nível de interface	definido pelo	operador ou pelo	o sistema de	otimização
----	--------------------	---------------	------------------	--------------	------------

- **PV** Nível de interface medido
- MV Abertura da válvula de descarga de afundado

ISSN 1516-392X

4.1.1.2 Controle da Vazão de Ar (PERSECHINI, JOTA, et al., 2001)(BALTAR, 2008)

Um aumento na aeração aumenta a probabilidade de colisão e de transporte das partículas hidrofóbicas com as bolhas de ar. Porém, existe um limite máximo de aeração que deve ser respeitado de modo a não tornar o regime turbulento com a formação de grandes bolhas.

Desde que tal limite seja respeitado, a operação de flotação ocorre em regime de borbulhamento uniforme e nesta faixa de operação a recuperação aumenta linearmente com o aumento da vazão de ar.

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle de injeção de ar.

Quadro 2: Malha de controle de injeção de ar

SP	Vazão de ar definida pelo operador ou pelo sistema de otimização
PV	Vazão de ar medida
ΜV	Abertura da válvula de ar

4.1.1.3 Controle da Água de Lavagem (PERSECHINI, JOTA, et al., 2001)

A água de lavagem da espuma é utilizada em colunas, mas não em células de flotação. O objetivo é reduzir o arraste mecânico de partículas hidrofílicas junto com a espuma flotada. A quantidade de água deve ser suficiente para garantir a eficiência na lavagem do flotado sem causar uma diluição desnecessária do concentrado.

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle de água de lavagem.

Quadro 3: Malha de controle de água de lavagem

SP Vazão de água definida pelo operador ou pelo sistema de otimização

PV Vazão de água de lavagem medida

MV Abertura da válvula de água de lavagem

4.1.1.4 Controle do Percentual de Sólidos na Alimentação (BALTAR, 2008)

O aumento da concentração de sólidos propicia um aumento na concentração de reagentes. Isso melhora a eficiência do processo e, consequentemente, aumenta a taxa de recuperação e o teor de mineral-minério no concentrado. Aumenta ainda a capacidade da célula, aumentando a produção.

Sendo assim, o percentual de sólidos deve ser mantido tão grande quanto possível, até o limite em que o arraste mecânico de ferro para o rejeito passe a ser crítico.

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle do percentual de sólidos.

Quadro 4: Malha de controle do percentual de sólidos

SP	Percentual de sólidos definido pelo operador ou pelo sistema de otimização
PV	Percentual de sólidos inferido pela densidade da alimentação
MV	Abertura da válvula de adição de água na alimentação

4.1.1.5 Controle de Adição de Reagentes

O pH da polpa processada deve ser controlado para que se mantenha dentro da faixa ótima de trabalho do coletor. O controle de pH na flotação do minério de ferro é feito pela adição de soda cáustica.

Para o controle de adição de amina e amido, o valor de referência (SP) geralmente é um valor calculado, mesmo quando não há um sistema de otimização de processo. Conforme discutido no item 3.1.2, a amina é um coletor e, portanto, a quantidade a ser adicionada é diretamente proporcional à massa de ganga alimentada. Sendo assim, seja definido o fator K1 como a relação ótima entre a massa de coletor e a massa de ganga:

$$K_1 = \frac{Massa \ de \ Coletor}{Massa \ de \ Ganga} = \frac{Vazão \ Mássica \ de \ Amina \ Adicicionada}{Vazão \ Mássica \ de \ Ganga \ Alimentada}$$

A vazão mássica de ganga alimentada é dada pelo seguinte produto

Vazão Mássica de Ganga

Sendo assim, o valor de referência para a malha de controle de adição de amina é dado pela seguinte relação:

De forma análoga, o amido é um depressor e a quantidade a ser adicionada no processo é proporcional à quantidade de mineral minério processada. Definindo-se o fator K₂:

$$K_2 = \frac{Massa \ de \ Depressor}{Massa \ de \ Mineral \ Minério} = \frac{Vazão \ Mássica \ de \ Amido \ Adicicionada}{Vazão \ Mássica \ de \ Mineral \ Minério}$$

Tem-se então o valor de referência para a malha de controle de adição de amido por meio da seguinte relação:

Vazão Mássica de Amido Objetivada = $K_2 * (Vazão de Polpa)$

* (Densidade de Polpa) * (% de Mineral Minério na Polpa)

Vazão e densidade de polpa são medidas utilizando-se um medidor de vazão em série com um densímetro na alimentação do equipamento de flotação. Já os teores das espécies de interesse polpa podem ser obtidos por dois métodos:

- Ensaios laboratoriais: método convencional com resultados atualizados em períodos da ordem de horas;
- Analisadores químicos on-line: equipamentos ainda pouco utilizados que disponibilizam novos resultados em questão de poucos minutos.

O uso de resultados obtidos em ensaios químicos laboratoriais não permite uma atuação rápida no controle de processos. Já com o uso de analisadores químicos online, dois dos fatores multiplicativos vazão mássica de amido e amina podem ser ajustados mais frequentemente:

- % da espécie mineral: obviamente, com resultados de análises químicas mais frequentes, a taxa de atualização deste fator será maior;
- K, massa de reagentes/massa do mineral associado: esse fator pode ser alterado por um sistema de controle avançado que defina novos valores em função das variáveis a ser otimizadas.

Os analisadores químicos online são discutidos no capítulo 0 enquanto o controle avançado de processos será discutido adiante, ainda neste capítulo na seção 4.2.

Os quadros a seguir mostram as variáveis de processo envolvidas nas malhas de controle de adição de reagentes.

1/ *///-

Quadro 5: Malha de controle de adição de soda cáustica na flotação

SP	Valor de pH ótimo para atuação do coletor
PV	pH medido na polpa processada
MV	Abertura da válvula de adição de soda cáustica

Quadro 6: Malha de controle de adição de amina na flotação

JF	R_1 (Vazao de Polpa) (Densidade de Polpa) (% de Ganga na Polpa)
PV	Vazão real de amina
MV	Abertura da válvula de adição de amina

Quadro 7: Malha de controle de adição de amido na flotação

SP	K ₂ *(Vazão de Polpa)*(Densidade de Polpa)*(% de Mineral Minério na Polpa)
PV	Vazão real de amido
MV	Abertura da válvula de adição de amido

4.1.2 Controle Regulatório de Processos Aplicado à Concentração Magnética

A concentração magnética é uma operação de concentração relativamente simples se comparada à flotação, mas pode-se variar a taxa de alimentação e a intensidade do campo magnético. Nas seções seguintes, as formas de variar a taxa de alimentação são descritas.

4.1.2.1 Controle da Taxa de Alimentação

Para ambos os tipos de concentradores, para uma velocidade de rotação constate do concentrador, a taxa de alimentação determina a taxa de produção. Porém, quanto maior a taxa de produção, menor é o teor do concentrado.

ISSN 1516-392X

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle da taxa de alimentação.

Quadro 8: Malha de controle da taxa de alimentação

SP	Taxa de alimentação definida pelo operador ou pelo sistema de otimização
PV	Vazão de polpa medida
MV	Abertura da válvula de alimentação

4.1.2.2 Controle de Intensidade do Campo Magnético

Quanto maior a intensidade do campo magnético aplicado, menor precisa ser a afinidade magnética da partícula direcionada para o concentrado, ou seja, aumentase a probabilidade de recuperação de partículas mistas. Consequentemente, conforme a dicotomia teor x recuperação, quanto maior for a intensidade do campo magnético maior será a recuperação mássica da operação de concentração.

Os concentradores magnéticos de alta intensidade podem variar a intensidade do campo alterando a corrente elétrica de alimentação. Já os concentradores de baixa intensidade que utilizam ímãs permanentes, variam a intensidade do campo magnético pela aproximação do tambor ao fundo do tanque de popa. Apesar de serem diferentes as formas de variação de intensidade, a finalidade é a mesma.

É importante ressaltar que o aumento do consumo de energia elétrica deve ser levado em conta para concentradores de alta intensidade.

O quadro abaixo mostra as variáveis de processo envolvidas na malha de controle de intensidade do campo magnético.

Quadro 9: Malha de controle de intensidade do campo magnético

SP	Intensidade de campo definida pelo operador ou pelo sistema de otimização
PV	Intensidade de campo inferida ou medida
MV	Corrente de alimentação do eletroímã em concentradores de alta intensidade
	Posição do tambor

4.1.3 Controle Regulatório de Processos Aplicado à Concentração Gravítica

Os equipamentos utilizados para a concentração gravítica do minério de ferro não possuem variáveis de processo a serem controladas, exceto pela taxa de alimentação que é limitada apenas pela capacidade do equipamento. Sendo assim, não serão discutidas estratégias de controle regulatório específicas para estes equipamentos.

4.2 Controle Avançado de Processos

O controle regulatório estabiliza o processo em uma determinada condição operacional desejada. Processos cujas malhas de controle sejam acopladas, cuja dinâmica seja complexa, com grandes variações das condições operacionais e perturbações necessitam de um sistema de controle avançado para contornar tais dificuldades (DEPARTMENT OF AUTOMATIC CONTROL LTH, 2010). Os processos de concentração de minério por flotação e concentração magnética têm estas características e, portanto, sem um sistema de controle avançado de processos demandam de grandes esforços da equipe de operação.

Os sistemas de controle avançado disponíveis no mercado são compostos por módulos de ferramentas avançadas como controle preditivo (MPC), controle multivariável (MVC), programação linear, lógicas fuzzy, redes neurais e sistemas

especialistas (CHEMTECH, 2007). Estes sistemas de controle avançado, porém, dependem de um controle regulatório eficiente para que possam atingir o objetivo final de controle (THWAITES, 2007) (LAHTINEN, 2004).

Enquanto o controle regulatório de processos atua no sistema para controlar variáveis como pressões, vazões e temperatura, os sistemas de controle avançado atuam em variáveis globais do processo, como recuperação, teor do concentrado, quantidade de ferro no rejeito, taxa de produção e custo de produção conforme ilustrado na Figura 14.



Figura 14: Objetivo final de um sistema de controle de processos: o controle regulatório estabiliza o processo em torno de uma condição ótima definida pelo controle avançado (THWAITES, 2007).

O objetivo final de um circuito de concentração é gerar um produto com o menor teor de sílica possível, com o mínimo de perda de ferro no rejeito. O sucesso do circuito de concentração é medido em termos da recuperação em massa e da qualidade do produto, duas condições conflitantes (MEECH, 2006). A Figura 15 mostra duas

ISSN 1516-392X

curvas em marrom de recuperação x teor de operação de um circuito ou estágio de concentração.

Segundo (LAHTINEN, 2004), as curvas de recuperação x teor são dependentes das características mineralógicas do minério como teor, textura e dureza além do desempenho dos equipamentos de concentração. Sendo assim, variando tais condições, principalmente as características do minério lavrado, têm-se diferentes retornos financeiros por tonelada produzida. Na Figura 15, as curvas azuis ilustram condições isoeconômicas, ou seja, pontos de operação sobre a mesma curva geram o mesmo retorno financeiro.

No beneficiamento do minério de ferro, o que geralmente acontece é que a lavra seletiva e o uso de pilhas de homogeneização à montante dos circuitos de concentração fazem com que todo o minério beneficiado no circuito tenha sempre as mesmas características médias. A curva de concentração recuperação x teor resultante é então uma curva definida por estas características médias e relativamente pouco variantes no tempo.



Teor de Ferro no Concentrado [%]

Figura 15: Curvas de recuperação x teor em marrom e curvas isoeconômicas em azul. Adaptado de (LAHTINEN, 2004).

Um sistema de controle avançado para um circuito de concentração deve ter o mapeamento da curva média de recuperação x teor do circuito e deve garantir que tal circuito trabalhe sempre no ponto ótimo daquele circuito. Dado um desvio entre a condição de operação objetivada e a condição real, esse sistema deve alterar os *setpoints* das malhas de controle regulatório para que o desvio se torne o menor possível.

A recuperação de um circuito de concentração pode ser medida em tempo real pelo uso de medidores de vazão mássica. Os teores do concentrado e do rejeito podem ser medidos por análises laboratoriais ou analisadores químicos online. Porém, para que um sistema de controle avançado possa atuar no processo em função destes teores é necessária uma atualização de seus valores a taxas que são viáveis somente com o uso de analisadores químicos online, conforme é discutido no capítulo a seguir.

5 Analisadores Químicos Online

Este capítulo inicia-se mostrando os benefícios obtidos com o uso de analisadores químicos online. Em seguida, são discutidos os métodos utilizados para a análise química online de polpas aplicáveis ao beneficiamento do minério de ferro. Dentre as tecnologias descritas, algumas já são aplicadas em soluções comerciais, enquanto outras somente foram utilizadas em protótipos. Ao final do capítulo, as tecnologias descritas são comparadas entre si de forma a guiar o leitor na seleção da melhor tecnologia do ponto de vista técnico dado um conjunto de restrições de processo.

5.1 Benefícios da Análise Química Online na Concentração

No contexto deste trabalho, entende-se por analisadores químicos online equipamentos que amostram, realizam ensaios químicos e disponibilizam os resultados desses ensaios automaticamente sem intervenção humana. Como a concentração do minério de ferro ocorre em rotas úmidas, apenas analisadores químicos online para polpas foram considerados.

O uso de analisadores químicos online reduz os gastos com amostragem manual e análises de laboratório, mas o alto custo envolvido na aquisição destes equipamentos não é justificado por tais ganhos (SILVA e FERREIRA, 2009)(OUTOTEC, 2008).

Como a amostragem e o ensaio são realizados automaticamente, além de se reduzir custo operacional de amostragem e análise, garante-se um procedimento padrão,

ISSN 1516-392X

eliminando variações de procedimento devido à intervenção humana. É economicamente inviável realizar pelos métodos tradicionais de amostragem manual e análise em laboratório o mesmo número de ensaios diários que um analisador online (OUTOTEC, 2008).

O processo tradicional de ensaios químicos em laboratório com amostragem manual acontece em ciclos de aproximadamente 2 horas e mesmo para o caso de laboratórios automatizados, os resultados de análises químicas laboratoriais levam um tempo tão grande que não é possível utilizar tal informação em um controle de processos eficaz. O uso de analisadores químicos online permite-se que os resultados de análises químicas sejam utilizados para o controle em tempo real e não apenas para o controle de qualidade (FCT INTERNATIONAL - ACTECH, 2007)(OUTOTEC, 2008).

Conforme discutido no capítulo anterior, o uso de resultados de análise online possibilita a otimização simultânea das seguintes condições (SILVA e FERREIRA, 2009)(OUTOTEC, 2008):

- Recuperação em massa;
- Qualidade do concentrado;
- Teor de ferro no rejeito;
- Consumo de reagentes na flotação.

Apesar de todos os ganhos potenciais proporcionados pelos analisadores online, seu uso ainda não é universalmente difundido devido às dificuldades na implantação da solução completa (sistema de amostragem e utilidades), alto custo de capital e um considerável custo de manutenção além de questões relacionadas à performance do equipamento (FOSTER). As seções a seguir descrevem tecnicamente os analisadores químicos online agrupados por tecnologia de ensaio.

5.2 NAA - Neutron Activation Analysis

A análise por ativação de nêutrons é uma técnica analítica que permite a análise química quantitativa e qualitativa de materiais, podendo detectar desde elementos componentes majoritários a elementos traço (GLASCOCK, 2010).

Os nêutrons têm cargas neutras e portanto não interagem com a eletrosfera dos átomos. Sabendo-se que o núcleo representa apenas uma porção volumétrica infinitesimal do átomo, o nêutron pode então penetrar vários centímetros na amostra analisada antes que interaja com um dos núcleos da mesma (ROCHA, 2008). Devido a esse fato, esta técnica é não intrusiva e não destrutiva, o que permite analisar grandes quantidades de material sem grandes esforços de preparação da amostra a ser analisada (VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001).

Métodos baseados em NAA têm sido utilizados há várias décadas em várias aplicações. Na literatura, encontram-se vários trabalhos relacionados principalmente à inspeção de bagagens e análise química na indústria mineradora.

Para muitos elementos e aplicações, a técnica NAA tem uma sensitividade, precisão e confiabilidade superior quando comparada a outras técnicas e por isso é utilizada como referência para a criação de novos procedimentos de análise ou como contraprova em ensaios cujos resultados sejam conflitantes utilizando outros métodos (GLASCOCK, 2010).

A Figura 16 ilustra genericamente um analisador baseado em NAA, que consiste em bombardear uma amostra com um feixe de nêutrons e analisar a radiação emitida

pela amostra em resposta. Para decodificar o espectro emitido pela amostra em um sinal que possibilite a quantificação dos teores, a radiação gama é direcionada um cristal cintilador criando uma ionização que pode ser detectada como pulsos de luz ultravioleta. Esses pulsos são transformados em sinais elétricos que são então amplificados e tratados para serem transformados em sinais digitais. Durante um tempo aproximado de 1 minuto, a amostra é submetida a esse procedimento e os pulsos detectados nas diferentes faixas de energia são contados, gerando um gráfico como o que aparece na Figura 17 (FOSTER, 2004).



Figura 16: Esquema genérico de um analisador PGNAA (PROCTOR, 1999).



Figura 17: Um espectro típico de raios gama de alta energia (FOSTER, 2004). Para ilustrar como o espectro pode ser decodificado em teores, tomemos a Figura 18 como exemplo:

- A linha azul escuro mostra o espectro de raios gama absorvido da amostra;
- As linhas magenta, amarela e azul claro mostram o espectro padrão para a sílica, o ferro e o cálcio respectivamente;
- Por regressão linear, encontram-se os ganhos multiplicadores para cada uma das respostas padrão que formam o espectro absorvido da amostra;
- De posse dos ganhos encontrados, chega-se então aos teores de cada um dos elementos presentes na amostra;
- Para esse exemplo, comparou-se o resultado gerado pela regressão linear com o espectro detectado. O resultado encontra-se na Figura 19.



Figura 18: Espectro com respostas padrão para Fe, Si e Ca (FOSTER, 2004).



Gamma Energy Level Figura 19: Comparação entre espectro e aproximação por regressão linear múltipla

(FOSTER, 2004).

ISSN 1516-392X

A velocidade dos nêutrons determina o tipo de reações que ocorrerão nos átomos da amostra. Nêutrons lentos ou térmicos são aqueles com baixa energia (abaixo de 0,5 eV) e nêutrons rápidos têm alta energia (acima de 0,5 MeV). Nêutrons com energia intermediária são chamados de epitérmicos (GLASCOCK, 2010). A Figura 20 mostra graficamente a classificação dos nêutrons em função de sua energia.



Figura 20: Espectro de energia de uma fonte de nêutrons (GLASCOCK, 2010). Para os nêutrons lentos, ocorre predominantemente a interação de captura do nêutron. (ROCHA, 2008). Nesse caso, o átomo que absorve um nêutron fica instável, emitindo radiação gama para se re-estabilizar quase que instantaneamente. O nêutron absorvido passa a fazer parte do átomo tornando-o radioativo e este irá emitir radiação a uma taxa mais lenta característica do período de meia-vida do elemento, que varia de frações de segundos a muitos anos (GLASCOCK, 2010).

A Figura 21 ilustra a física nuclear de captura de forma simplificada, destacando os dois momentos em que há emissão de radiação. Os métodos de análise química por

nêutrons térmicos podem então ser classificados em duas categorias (GLASCOCK, 2010):

- PGNAA: Prompt Gamma-Ray Neutron Activation Analysis, que leva em consideração a radiação emitida instantaneamente;
- DGNAA: Delayed Gamma-ray Neutron Activation Analysis, que analisa a radiação associada ao período de meia-vida dos elementos presentes na amostra.



Figura 21: Diagrama ilustrando o processo de captura de nêutrons térmicos por um átomo (GLASCOCK, 2010).

Para nêutrons rápidos, a energia é muito grande e diminui-se a probabilidade de interações nucleares. Quando um núcleo interage com um nêutron rápido, recebe parte da energia cinética do nêutron e é elevado a um de seus estados excitados, voltando rapidamente à estabilidade pela emissão de um fóton gama. Após esta interação, chamada de espalhamento inelástico, o nêutron terá sua energia reduzida (ROCHA, 2008). A Figura 22 destaca a diferença da iteração dos átomos da amostra com nêutrons lentos e rápidos.



Figura 22: Diferenciação esquemática entre captura do nêutron e espalhamento inelástico (VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001).

As técnicas de ensaio NAA, suas emissões e radiações detectadas. Cada um dos subtipos de ensaios NAA será discutido nas seções a seguir.

Quadro 10 relaciona técnicas de ensaio NAA, suas emissões e radiações detectadas. Cada um dos subtipos de ensaios NAA será discutido nas seções a seguir.

Quadro 10: Técnicas de NAA, suas emissões e radiações detectadas.

	Técnica Emissão		Radiação Detectada		
TNA	A Thermal Neutron Nêutrons lentos Analysis		Raios gama de captura (PGNAA) e de decaimento (DGNAA)		
FNA	A Fast Neutron Nêutrons rápidos Analysis		Raios gama de espalhamento (PINAA)		
FNA/ TNA	 A/ Fast and Thermal Pulsos de nêutrons rápidos e Raios gan IA Neutron Analysis nêutrons termais entre os pulsos captura e 		Raios gama de espalhamento, de captura e de decaimento (PFTNA)		

5.2.1 PGNAA – Prompt Gamma Neutron Activation Analisys

A técnica PGNAA é aplicável aos seguintes elementos (GLASCOCK, 2010):

- Elementos com grande probabilidade de captura de nêutrons em função da seção transversal;
- Elementos que decaem muito rápido para serem detectados por DGNAA;
- Elementos que produzem isótopos estáveis e que por isso não decaem;
- Elementos que produzem fotos gama de decaimento de baixa intensidade.

A maioria dos equipamentos deste tipo utiliza uma fonte radioativa Cf-252 (FOSTER, 2004). Uma fonte alternativa não radioativa são as fontes geradoras de nêutrons, mas estas têm um custo consideravelmente mais elevado (FOSTER).

Os primeiros analisadores online PGNAA surgiram em 1985 e eram utilizados em chutes de plantas de carvão e cimento. Os primeiros equipamentos deste tipo para polpa só surgiram em 1995 (FOSTER, 2007).

Vantagens do método PGNAA:

- Pode medir a maioria dos elementos leves com número atômico menor que do cálcio (Z < 20) (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2007);
- Não é afetado por variações na mineralogia devido à calibração de fábrica com padrões mineralógicos variados(FOSTER, 2004)(PROCTOR, 1999);
- Os analisadores de polpa não são afetados pelo tamanho das partículas, desde que tenham granulometria de até 5 mm (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2007)(PROCTOR, 1999);
- Os nêutrons emitidos são bastante penetrantes e a radiação emitida em resposta é muito rápida, o que permite a análise de grandes volumes e sem degradação do resultado pelo movimento da amostra (PROCTOR, 1999)(FOSTER);

• Não afetado por Efeitos de Matriz (PROCTOR, 1999).

Apresenta ainda as seguintes desvantagens:

- Utiliza uma fonte radioativa e que está sujeita às desvantagens associadas e discutidas adiante na seção 5.3;
- Intervalo entre ensaios relativamente grande, podendo chegar a 10-15 minutos dependendo da precisão objetivada (SILVA e FERREIRA, 2009)(THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2007);
- Nem todos os elementos são de fato medidos, como o oxigênio, por exemplo, que é contabilizado pelo conhecimento prévio dos óxidos presentes na amostra (PROCTOR, 1999);
- Dificuldade de detectar elementos-traço (FOSTER);
- Necessidade de calibração no site na implantação e periodicamente (FOSTER);
- Alto custo na implantação do sistema se comparado a outras tecnologias (MICHAUD, PROULX, *et al.*, 2003).

5.2.2 DGNAA - Delayed Gamma-Ray Neutron Activation Analysis

DGNAA é uma técnica que utiliza nêutrons térmicos e que pode ser utilizada para mais de 70% dos elementos químicos. Segundo (GLASCOCK, 2010), a vantagem desta técnica é a compensação da interferência da relação entre nuclídeos de longa e curta duração. A amostra é ativada, espera-se o decaimento dos nuclídeos de curta duração e só após um longo período é que se faz a análise do espectro de decaimento. Esse longo período de ensaio aumenta a precisão dos resultados, porém inviabiliza o uso desta técnica em analisadores químicos online para a maioria dos elementos químicos. ISSN 1516-392X

5.2.3 PINAA - Prompt Inelastic Neutron Activation Analysis

A técnica FNA, *Fast Neutron Analysis* utiliza nêutrons rápidos como fonte e faz a análise do material com base nos raios gama absorvidos da amostra, emitidos em decorrência de espalhamento inelástico. Esta técnica requer uma fonte pulsada de nêutrons e a medição da radiação não pode ser contínua, pois os átomos rápidos logo perdem energia dentro da amostra e passam a ser nêutrons térmicos de forma que a radiação detectada deixa de ser de espalhamento e passa a ser de captura (KILLEEN, 1997). Sendo assim, considera-se esta técnica como uma simplificação da técnica PFTNA descrita adiante.

5.2.4 PFTNA - Pulsed Fast and Thermal Neutron Analysis

Também referenciada como NITA, *Neutron Inelastic-Scatter and Thermal-Capture Analysis*, esta técnica utiliza uma fonte pulsada de nêutrons rápidos.

Durante o pulso de nêutrons rápidos, ocorrem iterações de espalhamento inelástico com átomos de C e O principalmente, como acontece em ensaios PINAA. Os mesmos nêutrons que interagem com esses elementos perdem energia e passam a ser nêutrons térmicos e passam a interagir com outros elementos, da mesma forma que acontece em ensaios PGNAA. Depois de um determinado número de pulsos, a fonte é desativada pelo tempo necessário para detectar radiações de decaimento, como acontece em ensaios DGNAA. Em um ciclo de pulsos como o ilustrado na Figura 23, as radiações detectadas de espalhamento, captura e decaimento são armazenadas e analisadas separadamente (VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001).



Figura 23: Seqüência de eventos do gerador de nêutrons pulsado (VOURVOPOULOS e WOMBLE, 2001).

Os analisadores baseados em PGNAA são otimizados para elementos que podem ser mais bem detectados por nêutrons térmicos. Caso seja necessário analisar elementos como C e O, o método PFTNA é mais indicado(LIM e SOWERBY, 2005).

De acordo com (LIM e SOWERBY, 2005), PFTNA utiliza uma fonte radioativa de AM-241 com meia vida de 432 anos e maior energia que as fontes utilizadas em equipamentos PGNAA, de Cf-252 cujo tempo de meia-vida é de apenas 2,65 anos. Além disso, os detectores BGO utilizados em PFTNA são mais resistentes e têm uma melhor resolução em comparação com os detectores Nal utilizados em PGNAA, apesar de que os detectores BGO são mais caros.

Ainda segundo (LIM e SOWERBY, 2005), Ca, Fe, CI e Ti são mais bem analisados utilizando-se nêutrons térmicos. Nêutrons rápidos são melhores para a detecção de AI e Mg enquanto a Si é indiferente. AI pode ser detectado por nêutrons rápidos, mas sua quantificação é mais difícil em presença de Fe.

5.2.5 Soluções de Mercado Baseadas em NAA

Por tudo o que foi anteriormente discutido, para aplicação em beneficiamento de minério de ferro, exceto por aplicações específicas, o métodos PGNAA deve ser o selecionado para análise de elementos leves dentre as técnicas NAA.

Especificamente para a análise de polpas de minério de ferro, encontraram-se referências de apenas uma solução comercial baseada em NAA, o LESA, descrito a seguir.

5.2.5.1 Thermo Scientific – LESA - *Light Element Slurry Analyzer* (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2007)

Este analisador PGNAA foi projetado para analisar de 1 até 4 fluxos de polpa com o uso de um multiplexador, podendo chegar a 8 em condições favoráveis. O sistema multiplexador também atua retirando o ar da polpa.

O LESA foi desenvolvido nos anos 90 para atender as necessidades de análise de elementos leves, com números atômicos menores que 20.

Como todo analisador PGNAA, não é afetado pelo Efeito de Matriz e não é sensível ao tamanho das partículas desde que tenham até 5 mm.

Assim como outros analisadores PGNAA utilizados na indústria de cimento e carvão, este analisador utiliza uma fonte de nêutrons radioativa de Cf-252.

Segundo o fabricante, o erro absoluto dos ensaios é de aproximadamente 0,5%, dependendo das condições de processo.

O quadro abaixo sumariza as características deste analisador.

Quadro 11: Características do analisador LESA

Analisador	Fluxos	Elementos	Z	Erro	Tempo de Ciclo	Fonte
LESA	Até 4	Sem restrições	Sem restrições	0,5%	2 a 15 min. por fluxo	Radioativa

5.3 XRF - X-Ray Fluorescence

O método XRF é utilizado na análise química qualitativa e quantitativa de líquidos e sólidos. Idealmente, a amostra deve ser sólida e fina, mas o método também pode ser aplicado a amostras com partículas grossas ou líquidas (OLIVEIRA, 2000).

Na aplicação deste método, como ilustrado na Figura 24, um feixe de raios-X é incidido sobre a amostra que em resposta emite uma fluorescência que é então analisada. Os comprimentos de onda detectados determinam os elementos químicos presentes, enquanto os teores desses elementos são determinados pela intensidade detectada nos respectivos comprimentos de onda (OLIVEIRA, 2000). A Figura 25 ilustra a sequencia de eventos ocorridos em um ensaio XRF.



Figura 24: Diagrama esquemático de um experimento de XRF convencional (OLIVEIRA, 2000).



Figura 25 : Esquema genérico de um experimento de XRF adaptado de (OLIVEIRA, 2000). As principais fontes primárias de raios-X utilizadas na técnica XRF são os Tubos de Raios-X, que emitem radiação pela desaceleração de elétrons de alta energia, as Fontes de Radiação Síncrotron, que aceleram elétrons em órbitas circulares com velocidades próximas à da luz e os Isótopos que emitem raios-X por decaimento radiativo (OLIVEIRA, 2000). O uso de isótopos tende a ser evitado devido ao rígido controle ao licenciamento, transporte, uso e descarte destas fontes. Além disso, a potência da emissão é menor e não é constante como no caso dos tubos e devido à meia-vida da fonte, esta deve ser reposta de tempos em tempos (INNOV-X SYSTEMS, 2004).

Ao incidir um feixe de raios-X sobre a amostra, os elétrons de seus átomos absorvem a energia e em alguns deles ocorre a ejeção de fotoelétrons. Elétrons de
camadas mais externas então decaem para ocupar o lugar deste último emitindo fluorescência em num fenômeno conhecido como Efeito Fotoelétrico ilustrado na Figura 26 (OLIVEIRA, 2000).



Figura 26: Ilustração do Efeito Fotoelétrico (OLIVEIRA, 2000).

A energia necessária para a emissão de fotoelétrons de camadas internas do átomo é típica de cada elemento e é conhecida como Borda de Absorção (OLIVEIRA, 2000).

Figura 27 apresenta o diagrama de níveis de energia do Cu, indicando a energia necessária para a emissão de fotoelétrons em cada uma de suas camadas. A Figura 28 mostra o espectro absorvido de uma amostra de Cu submetida a um ensaio XRF, no qual se pode fazer uma correspondência entre os picos do espectro e o diagrama de níveis do mesmo elemento. Em outras palavras, as posições dos picos identificam os elementos presentes na amostra analisada.



Figura 27: Diagrama de níveis de energia de raios X do Cu (FREITAS, SOUZA e

BOSSOIS)



Figura 28: Espectro filtrado absorvido de uma amostra de Cu(PHYWE SYSTEME GMBH).

Para determinar os teores dos elementos presentes na amostra, utiliza-se desde curvas simples de intensidade versus concentração padrão até complexos algoritmos que convertem de intensidade para concentração (OLIVEIRA, 2000). Os

métodos de decodificação do espectro em teores são similares ao descrito anteriormente na seção 5.2.

Existem dois métodos de análise complementares de análise de espectro que levam em consideração o comprimento de onda (*Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy*, WDS ou WDX) e a energia (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*, EDS ou EDX) do espectro (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2009).

No método WDS, os raios-X são separados por difração e assim diferentes comprimentos de onda são detectados em diferentes posições do espectrômetro (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2009). O uso do método WDS permite que toda a capacidade do espectrômetro seja direcionada para os comprimentos de onda de interesse, permitindo resultados mais rápidos e precisos para os elementos críticos analisados. Para cada elemento de interesse, deve-se utilizar um canal de detecção (OUTOTEC, 2008).

O método EDS analisa o espectro como um todo, de uma só vez (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2009). É utilizado para detecção de elementos não críticos ou cujos teores sejam predominantes (OUTOTEC, 2008). A Figura 29 ilustra a diferença entre os métodos EDS e WDS.



Figura 29: Análise do espectro utilizando-se dos métodos WDS (acima) e EDS (abaixo) (OUTOTEC, 2008).

A técnica XRF é dependente do Efeito de Matriz, que ocorre quando os elementos presentes na amostra emitem radiação de uma forma não linear. O Efeito de Matriz em ensaios XRF é causado principalmente quando a energia de absorção pelos elétrons de um determinado elemento presente na amostra é um pouco inferior à energia de emissão de outro elemento também presente(OLIVEIRA, 2000). É possível obter resultados não dependentes do efeito matriz com XRF utilizando procedimentos destrutivos que demandam de uma preparação da amostra pela sua fusão com elementos conhecidos e calibração apropriada (SIEBER, 2002). Portanto, para analisadores online e não destrutivos, sempre será necessário o tratamento de dados para correção do Efeito Matriz.

O método XRF é geralmente aplicado para determinação de elementos cujo número atômico igual ou maior que o do Sódio ($\mathbb{Z} \ge 11$). Para os elementos com pequeno

número atômico, pode ocorrer o desprendimento de um elétron em vez da emissão de fluorescência, num fenômeno conhecido como Efeito Auger. Átomos de elementos com Z < 20 estão mais susceptíveis a tal efeito e por isso a sensitividade

dos experimentos fica prejudicada na detecção dos mesmos (OLIVEIRA, 2000). Para análises online de amostras em polpa, apenas elementos com Z > 20 são

analisados, tendo em vista que a polpa e o ar atenuam fortemente a fluorescência vinda dos elementos leves (OUTOTEC, 2008). Sendo assim, não é possível a análise dos teores de sílica na polpa, mas pode-se inferir tal teor a partir do teor encontrado para o ferro (SILVA e FERREIRA, 2009).

A amostra analisada dever ter menos de 1 mm de espessura para que haja a penetração e emissão secundária dos raios-X e por isso o processo de amostragem deve garantir que uma pequena amostra represente todo o fluxo analisado (OUTOTEC, 2008). A granulometria do material deve ser menor que esta camada sensitiva. Uma alternativa para utilização deste método em fluxos de processo com materiais mais grosseiros é o tratamento prévio da amostra para redução da granulometria (SILVA e FERREIRA, 2009).

O tempo de ensaio é muito curto se comparado com outros métodos. Dados de fabricantes sugerem que o tempo de ciclo entre ensaios é de 1 minuto por fluxo por fluxo analisado, ou seja, se um equipamento for utilizado com um multiplexador para 5 fluxos, cada um desses fluxos terá resultados de ensaios a cada 5 minutos se forem tratados com a mesma prioridade. Porém é possível configurar o sistema de

amostragem para analisar fluxos críticos a freqüências maiores (OUTOTEC, 2008)(THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2008).

5.3.1 Soluções de Mercado Baseadas em XRF

5.3.1.1 Outotec - Courier® (OUTOTEC, 2008)

É um analisador que utiliza fontes não-radioativas e combina os métodos WDS e EDS para identificar até 12 elementos por fluxo com número atômico superior a 20 utilizado para a análise de polpas, projetado para até 24 pontos de amostragem.

Até 2008, haviam sido implantadas mais de 1000 unidades deste analisador em todo o mundo. Ele possui interfaces de operação local e remota são similares para minimizar o tempo de familiarização e configuração. Disponibilizam resultados de ensaios, gráficos de tendência e status do equipamento.

Conforme ilustrado na Figura 30, existem dois amostradores em série para garantir a representatividade da amostra. Além disso, existem peneiras para a remoção de material não desejável e é feito um tratamento para controlar a aeração da amostra em um nível aceitável. Um multiplexador permite que uma amostra seja condicionada enquanto outra é medida, reduzindo o tempo entre ensaios. Fluxos diferentes podem ter freqüência de ensaios diferentes.

Este sistema permite a coleta automática amostras de calibração e o resultado de laboratório pode ser alimentado no sistema sem que seja necessária a entrada manual de dados. Um demultiplexador opcional pode retornar o material amostrado ao processo.

Segundo o fabricante, o tempo de cada ensaio é de aproximadamente 1 minuto por fluxo e é capaz de fornecer resultados com até 4% de erro relativo para elementos com teores maiores que 1% em massa.

A Figura 31 mostra uma representação esquemática da montagem de campo Courrier.



Figura 30: Representação esquemática do processo de amostragem Courrier (OUTOTEC, 2008).



Figura 31: Representação esquemática da montagem de campo Courrier (OUTOTEC, 2008).

5.3.1.2 Thermo Scientific – MSA - *Multi-Stream Analyzer* (THERMO FISHER SCIENTIFIC, 2008)

Utilizado para análise química online de polpas de minério, pode quantificar os teores de até 20 elementos com número atômico superior a 20 projetado para 3 até 12 pontos de amostragem, sem o uso de multiplexadores e demultiplexadores.

As opções de fontes de raios-X oferecidas pelo fabricante são todas radioativas.

O sistema não possui um amostrador dedicado e integrado. A amostragem consiste da tomada do material da linha de polpa e seu armazenamento direto em tanques onde passa pelo processo de retirada do ar e agitação antes do ensaio propriamente dito. Segundo o fabricante, o tempo de cada ensaio é de aproximadamente 1 minuto por fluxo e é capaz de fornecer resultados com até 4% de erro relativo para elementos com teores maiores que 1% em massa.



Figura 32: Sistema MSA

5.3.1.3 Comparação entre Analisadores Baseados em XRF

Levando-se em consideração as principais características dos analisadores XRF estudados, montou-se o quadro comparativo abaixo.

Analisador	Eluxos	Elomontos	7	Erro	Tempo	Fonto
Analisador	FIUXOS	Elementos	2	EIIO	de Ciclo	Fonte
Courrier	A tá 24	A+6 10	× 20	1 a	1 min.	Não
Courner	Ale 24	Ale 12	> 20	6%	por fluxo	Radioativa
MSA	Δt <u>ó</u> 12	Até 20	> 20	1 a	1 min.	Radioativa
IVISA	ALC 12	Ale 20	> 20	6%	por fluxo	radioativa

Quadro 12: Comparação entre Analisadores Baseados em XRF

5.4 LIBS - Laser-Induced Breakdown Spectroscopy

Também referenciada como LIPS, Laser-Induced Plasma Spectroscopy, LIESA, Laser-Induced Emission Spectral Analysis, e LASS, Laser Spark Spectroscopy, esta

técnica utiliza uma fonte que incide raios laser na amostra em pulsos da ordem de nanosegundos com a utilização de lentes que possibilitam uma densidade de energia na superfície analisada de 1 GW/cm². Tanta energia provoca a remoção de uma insignificante porção da amostra, da ordem de microgramas, caracterizando este método como "virtualmente não-destrutivo". Durante a remoção do material ocorre a formação de um plasma a 10.000°C com material desassociado em espécies atômicas e iônicas. A radiação emitida por esse material durante seu resfriamento é detectada utilizando um sistema gerador de atrasos. Ajustando o sistema com o atraso ótimo entre a emissão e a detecção chega-se a um espectro que pode ser analisado para caracterizar quimicamente o material quantitativa e qualitativamente. Esse ajuste está ilustrado na Figura 33. Conforme ilustrado na Figura 34, a técnica LIBS pode ser utilizada em amostras sólidas, líquidas ou gasosas (APPLIED PHOTONICS, 2001).

A maior vantagem da técnica LIBS é o fornecimento de resultados de análises químicas em curtos espaços de tempo, sem preparação de amostras e sem contato com o material analisado (BARRETTE e TURMEL, 2001).

Em algumas situações, apenas um pulso de laser é necessário para caracterizar o material, o que permite que milhares de amostras sejam feitas a cada minuto. Como o contato com a amostra é apenas óptico e não é necessário qualquer procedimento para preparação de amostras, o sistema de detecção e análise pode ser instalado a até 10 m do ponto de amostragem, ou 100 m com o uso de fibra óptica, permitindo seu uso mesmo em aplicações com ambiente hostil (APPLIED PHOTONICS, 2001). A Figura 35 apresenta esquematicamente a aplicação de um sistema LIBS para a análise química online.



Figura 33: Ajuste sucessivo do atraso de detecção com atraso ótimo em 10 microssegundos, quando os picos do espectro se tornam mais estreitos (APPLIED PHOTONICS, 2001).



Figura 34: Figura ilustrando que o método pode ser aplicado em amostras sólidas, líquidas e gasosas (APPLIED PHOTONICS, 2001)



Figura 35: Diagrama esquemático ilustrando o princípio LIBS. Nesta aplicação foi utilizado um cordão de fibra para análise remota (APPLIED PHOTONICS, 2001).

Uma aplicação interessante da tecnologia LIBS é o seu uso na caracterização por camadas de uma superfície, uma vez que o mesmo laser que analisa a superfície pode ser utilizado para limpeza da região analisada anteriormente (APPLIED PHOTONICS, 2001).

A maioria dos trabalhos publicados a respeito do uso de LIBS para análise química se refere a experimentos em laboratório e poucos realizados em condições reais de processo (BARRETTE e TURMEL, 2001).

Atualmente existem soluções comerciais aplicadas na análise de granulados com bons resultados para análise química de granulados. Dentre as vantagens citadas destaca-se o uso de fontes não-radioativas e o fato de a configuração do sistema ser leve e compacta. Porém, algumas adaptações devem ser feitas devido a duas restrições desta tecnologia (GAFT, 2007):

- Apenas a superfície da amostra é analisada: a superfície deve representar todo o volume da amostra;
- Uma pequena parte da superfície é analisada: o número de pulsos aplicados para se chegar a um resultado médio dever ser analisado caso a caso.

Estas restrições são significativas para a análise de materiais granulados, mas é possível contorná-las provando que as amostras analisadas são significativas (GAFT, 2007). Em polpas de minério, estas restrições são contornadas mais facilmente, desde que a polpa seja adequadamente agitada para garantir sua homogeneidade (BARRETTE e TURMEL, 2001)(MICHAUD, PROULX, *et al.*, 2003).

Variáveis como densidade de polpa, granulometria e aditivos influenciam na intensidade da radiação emitida pela amostra enquanto variações na mineralogia imprimem o Efeito de Matriz, porém o uso de curvas de calibração atenua seus efeitos. Sendo assim, a amostragem em polpas deve ser feita onde tais variáveis de processo são relativamente bem controladas (MICHAUD, PROULX, *et al.*, 2003).

Não existem soluções comerciais para a análise de polpas de minério de ferro, mas experimentos feitos com um protótipo para análise química online em plantas de pelotização descritos em (BARRETTE e TURMEL, 2001), obtiveram sucesso na quantização de C, Mg, Si, Ca e Al em polpas de concentrado. O protótipo está ilustrado na Figura 36.



Figura 36 : Protótipo LIBS para análise de polpa: (A) Módulo de emissão, detecção e análise. (B) Módulo de amostragem duplo com bomba para agitação da amostra (BARRETTE e TURMEL, 2001).

Diferentes configurações do sistema foram ajustadas para analisar os teores dos

diferentes elementos. Pulsos duplos (um pulso menos energético para limpeza antes

do pulso de ensaio) foram aplicados para a medição do Carbono total presente na amostra e da sílica livre.

A compensação da variação do percentual de sólidos foi feita pela referência do teor de Fe, ou seja, esse elemento não foi analisado nos ensaios. Cada ajuste do sistema era usado por 25 segundos (50 pulsos de laser a 2 Hz). Sendo quatro ajustes diferentes, a cada 100 segundos obteve-se um novo resultado de análise para cada elemento.

O problema do efeito matriz foi satisfatoriamente contornado por uma ferramenta de calibração multivariável customizada baseada em lógica fuzzy e redes neurais artificiais. O protótipo atingiu seu objetivo fornecendo resultados confiáveis com a precisão desejada para o uso na otimização de processos.

O protótipo foi operado por uma equipe de pesquisadores especializados, mas acredita-se que após algumas melhorias seria possível sua utilização por uma equipe de produção treinada para tal.

Apesar de atualmente não existir nenhuma solução baseada nesta tecnologia, os resultados obtidos em (BARRETTE e TURMEL, 2001), ilustrados na Figura 37 e no



Quadro 13 mostram que o seu uso é promissor.

Figura 37 : Gráfico comparativo dos resultados obtidos para a concentração de Sílica pelo protótipo LIBS e por análises de laboratório (BARRETTE e TURMEL, 2001).

Elemento	Modo do Pulso	Acurácia 2s [%]
Cgf	Simples	0,025
Ctotal	Duplo	<0,05
Si	Simples	0,028
	Duplo	0,2
Са	Simples	0,11
Mg	Simples	0,036
AI	Simples	0,002

Quadro 13: Performance do sistema descrito em (BARRETTE e TURMEL, 2001).

5.5 Visão Computacional (SILVA, 2005)

O método de análise quantitativa do teor de sílica em uma amostra a partir de análise de imagens foi concebido pela observação da prática de operadores de campo que analisavam visualmente a polpa para realizar intervenções de controle no processo de flotação de ferro na Samarco Mineração S/A.

Um sistema para medição online do teor de sílica foi desenvolvido internamente na Samarco, a patente foi requerida e não se encontrou nenhuma outra referência da utilização deste método na análise determinação online de teores em minério de ferro. O sistema desenvolvido está ilustrado na Figura 38. Os seguintes procedimentos são executados pelo sistema:

 Preparação de amostras: o sistema colhe a amostra, deságua e seca e passa à etapa seguinte;

- Exposição da amostra: distribui a amostra uniformemente em uma superfície plana e com uma espessura controlada;
- Obtenção de imagens: um subsistema óptico ilumina uniformemente a amostra e obtém imagens com uma câmera RGB;
- Análise de Imagens: as imagens obtidas são filtradas e a partir da coloração o teor de sílica na amostra é determinado.



Figura 38: Sistema de medição do teor de sílica da Samarco (SILVA, 2005). O sistema desenvolvido foi capaz de fornecer resultados a cada 5 minutos e obtevese uma correlação de 97,5% nos resultados quando comparados com os resultados de laboratório conforme ilustrado na Figura 39. Tal sistema opera com repetibilidade e disponibilidade satisfatória, tendo possibilitado uma redução no desvio padrão de sílica no concentrado de 31% e uma redução de 13,6% do teor de ferro no rejeito da flotação pelo uso de suas informações em sistemas de controle avançado.



Figura 39: Comparação entre resultados de laboratório e o sistema de análise de imagens (SILVA, 2005).

5.6 XRD - X-Ray Diffraction

Este técnica consiste em incidir um feixe de raios-X e analisar o espectro dos fótons difratados. O ângulo de difração é característico da estrutura cristalina do material. A modelagem desse fenômeno de difração é conhecida como a Lei de Bragg (GOBBO e AGOSTINO, 2009).

A análise química online utilizando XRD tem sido estudada para sua aplicação na indústria de cimento, onde é importante não apenas a composição química dos materiais analisados como também a sua mineralogia (GOBBO e AGOSTINO, 2009)(RETALLACK e MADSEN, 2001) (FCT INTERNATIONAL - ACTECH, 2007). A Figura 40 mostra a detecção e quantificação de hematita e magnetita em uma amostra.

A técnica XRD pode ser utilizada como um complemento à XRF, e não como uma alternativa. É possível utilizar uma única fonte e detectores diferentes para realizar

um ensaio XRF-XRD. O uso de combinado de XRF e XRD permite a quantificação química dos elementos e a determinação da mineralogia dos cristais formados por tais elementos(BONVIN, YELLEPEDDI e BUMAN, 2000)(OLIVEIRA, 2000).





5.7 NMRS - Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

A técnica NMRS consiste em emitir ondas eletromagnéticas de radiofreqüência em uma amostra e analisar o espectro emitido em resposta. A freqüência das ondas emitidas deve ser tal que o núcleo de um determinado elemento de interesse entre em ressonância quando atingido. Esta técnica é de particular interesse na análise de compostos orgânicos, principalmente na quantificação dos elementos H, C, F e P (REUSCH), tendo aplicações limitadas na análise do Fe devido à baixa sensitividade desta técnica a esse elemento(PARELLA, 2003)

Industrialmente, NMRS é utilizada com sucesso na quantificação de Fósforo e Flúor em polpas e soluções (HARRISON R. COOPER SYSTEMS, 1998), mas não foram encontradas referências de seu uso no beneficiamento de minério de ferro.

5.8 Comparação entre Métodos de Análise Online

De posse das informações discutidas neste capítulo, pôde se montar o Quadro 14. Foram considerados apenas os métodos cuja utilização se mostrou viável para análise química quantitativa de polpas de minério de ferro. Analisando esse quadro, fica claro que a seleção do método a ser utilizado depende da sua aplicação no processo e das condições de processo em que se encontra o material a ser analisado.

Quadro 14: Comparação entre os métodos de análise química online de polpas utilizados no beneficiamento de minérios de ferro

	XRF	PGNAA	LIBS	Visão Computacional
Elementos Analisados	Z > 20	Sem restrições	Sem restrições	Sílica
Tamanho das Partículas	< 1 mm	< 5 mm	Sem restrições	Sem restrições
Confiabilidade	Erro relativo de 1 a 6%	Erro absoluto de aproximadamente 0,5%	Resultados com nível de confiança de 95%	Correlação de 97,5% com resultados de laboratório
Tempo de Ciclo de Ensaio	1 min. por fluxo	Até 15 min. por fluxo	25 seg. por elemento por fluxo	5 min. por fluxo
Efeito de Matriz	Depende dos elementos presentes e mineralogia	Não sensível	Depende da Mineralogia	Não sensível

Tipo de Fonte	Tubos geradores de raios-X que podem ser não radioativas	Fontes de nêutrons geralmente radioativas	Fontes de raios laser não radioativas	Utiliza câmeras e luz visível
Preparação de Amostra	Retirada do ar da polpa. Pode ser necessário adequar a granulometria.	Necessário retirar o ar da polpa.	Não é necessária a amostragem, mas deve ser feita uma intervenção na linha expor o material analisado.	Secagem e disposição do material em camadas finas e uniformes

No capítulo a seguir é a apresentada a conclusão do presente trabalho que discute os dados apresentados no quadro acima fazendo uma relação com toda a obra.

6 Conclusão

O uso do minério de ferro na indústria siderúrgica requer beneficiamento prévio e esse beneficiamento deve atender a determinados requisitos de qualidade. No contexto do beneficiamento, as operações de concentração são responsáveis por aumentar o teor de ferro no produto final. Porém, existe um compromisso entre teor do concentrado e a recuperação em massa do processo, de modo que não é economicamente viável a produção de um minério 100% puro.

Os processos de concentração são bastante complexos e para otimizar a relação teor x recuperação é necessária a implementação de um sistema de controle avançado. Para que este sistema de controle avançado funcione, é essencial que os resultados de ensaios químicos estejam disponíveis a uma taxa não alcançável pelo método convencional de amostragem e ensaios laboratoriais. Sendo assim os analisadores químicos online desempenham um papel fundamental na otimização do processo de concentração.

O uso de analisadores químicos online para controle de processo na concentração de minérios de ferro demanda da quantização de sílica e/ou ferro no fluxo analisado, sendo que caso apenas um dos dois elementos possa ser analisado o teor do outro pode ser calculado de forma complementar. Sendo assim, todas as tecnologias apresentadas no Quadro 14 podem ser utilizadas para o controle de processos.

A quantificação de elementos que não sejam a sílica ou ferro pode ser utilizada para controle de qualidade do material produzido, mas não é útil no controle de processos. Nesse caso, dentre as tecnologias pesquisadas, o método PGNAA deve ser o selecionado caso haja uma demanda de análise de elementos leves.

A granulometria do material analisado dever ser levada em consideração na seleção da solução de analisador a ser aplicada. A não ser que haja um tratamento granulométrico após a amostragem, materiais com granulometria maior que 1 mm não devem ser analisados por analisadores baseados em XRF e para aqueles com granulometria maior que 5 mm não se deve considerar PGNAA.

Quanto à confiabilidade dos resultados, todas as tecnologias estudadas atendem as demandas do controle de processos, porém, para o controle de qualidade, deve-se fazer uma análise mais criteriosa que a apresentada neste trabalho.

O tempo de ciclo de ensaio por fluxo deve ser avaliado em função da variabilidade no teor de alimentação. Para atender às necessidades do controle de processos, o ideal é que a frequencia de disponibilização de ensaios para um fluxo seja cinco vezes maior que a frequencia com que os teores da alimentação variam consideravelmente. É importante ressaltar que o número de fluxos analisados por um único analisador deve ser levado em conta: um analisador pode atender a uma determinada condição de processos para um número limitado de fluxos analisados.

A mineralogia também deve ser levada em consideração. Caso haja uma grande variação na mineralogia do material analisado, este fato deve ser levado em consideração, apesar de existirem técnicas para amenizar os impactos negativos gerados por tal variação. A variação na mineralogia afeta diretamente a confiabilidade dos resultados para analisadores baseados em XRF e LIBS.

77

O tipo de fonte utilizada e a necessidade de preparação da amostra influenciam no custo da solução selecionada. Não geram restrições técnicas e sim financeiras.

As informações contidas neste trabalho devem ser utilizadas como uma referência inicial para seleção de analisadores do ponto de vista da disciplina de processo. Outras características referentes às disciplinas de elétrica, mecânica e automação não foram discutidas neste trabalho e devem ainda ser consideradas.

Diante de tudo exposto neste trabalho, conclui-se então que o uso de analisadores online possibilita ganhos pelo uso de resultados de ensaios químicos online em sistema de controle avançado e que a seleção da tecnologia e solução a ser adotada é uma tarefa complexa que deve conduzida por uma equipe multidisciplinar.

7 Bibliografia

ALMEIDA, E. D.; NASCIMENTO FILHO, V. F. D. Utilização da Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia e Reflexão Total na Pesquisa Agropecuária. **Página do Prof. Virgílio Franco do Nascimento Filho**, 22 julho 2000. Disponivel em: http://web.cena.usp.br/apostilas/Virgilio/posters/. Acesso em: 2010 janeiro 2010.

APPLIED PHOTONICS. An Introduction to Laser-Induced Breakdown Spectroscopy.AppliedPhotonicsLtdWebsite,2001.Disponivelem:<www.appliedphotonics.co.uk>. Acesso em: 27 fevereiro 2010.

ARAÚJO, A. C. D. et al. Flotação de Minérios de Ferro. In: CHAVES, A. P. **Teoria a Prática do Tratamento de Minérios**. São Paulo: Signus, v. 4, 2006. Cap. 13, p. 318-329.

BALTAR, C. A. M. Flotação no Tratamento de Minério. Recife: [s.n.], 2008. ISBN ISBN 978-85-99556-02-3.

BARRETTE, L.; TURMEL, S. On-line iron-ore slurry monitoring for real-time process control of pellet making processes using laser-induced breakdown spectroscopy: graphitic vs. total carbon detection. **Spectrochimica Acta**, Part B, 2001. 715-723.

BONVIN, D.; YELLEPEDDI, R.; BUMAN, A. Applications and Perspectives of a New Innovative XRF-XRD Spectrometer in Industrial Process Control. JCPDS - International Centre for Diffraction Data - Advances in X-ray Analysis, 42, 2000.

CHEMTECH. RT-CLIENTE-AUTO-LOGICAS-005[E] Analise APC - Documento Interno. [S.I.]. 2007.

DEPARTMENT OF AUTOMATIC CONTROL LTH. Control System Design - PID Control. **Control System Synthesis 2010**, 2010. Disponivel em: <www.control.lth.se/~fusyntes/lectures2010/PIDControleight.pdf>. Acesso em: 12 abril 2010.

FCT INTERNATIONAL - ACTECH. FCT ACTech. **Site da FCT ACTech**, 20 Fevereiro 2007. Disponivel em: <www.fct-actech.com>. Acesso em: 26 Janeiro 2010.

FOSTER, S. What is Involved In Effective Calibration of a PGNNA Analyzer in the Factory and the Field. International On-Line Coal Analyzer Technical Conference, St. Louis, Missouri, 8-10 novembro 2004.

FOSTER, S. Using a Nuclear Elemental Static Sample Analyzer to Optimize the Operation of a Preparation Plant, 2007. Disponivel em: www.sabiainc.com. Acesso em: 9 fevereiro 2010.

FOSTER, S. The History and Future of Nuclear Elemental Analyzers for Product Optimization in the U.S. Coal Industry. Disponivel em: <www.sabiainc.com/>. Acesso em: 9 fevereiro 2010.

FREITAS, J. C. C. D.; SOUZA, D. O. D.; BOSSOIS, A. G. Laboratório de Estrutura da Matéria II - Difração e absorção de raios X. Página do Prof. Jair Carlos Checon de Freitas. Disponivel em: http://wwww.cce.ufes.br/jair/>http://wwww

GAFT, M. Laser-Based Spectroscopy for Online Minerals, 2007. Disponivel em: www.laserdetect.com. Acesso em: 27 fevereiro 2010.

GLASCOCK, M. D. Overview of Neutron Activation Analysis. **The Archaeometry Laboratory**, 19 janeiro 2010. Disponivel em: <http://archaeometry.missouri.edu/naa_overview.html>. Acesso em: 18 fevereiro 2010.

GOBBO, L. D. A.; AGOSTINO, L. M. S. Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de Cimento Portland. São Paulo. 2009.

HARRISON R. COOPER SYSTEMS. Fluoralyzer Magnetic Resonance -- A New Industrial Tool for Process Control On-Stream Analysis, 1998. Disponivel em: <www.hrcsystems.com>. Acesso em: 8 março 2010.

HARRISON R. COOPER SYSTEMS. Phospholyzer Magnetic Resonance -- A New Industrial Tool for On-Stream Analysis, Quality Control and Higher Process Efficiency, 1998. Disponivel em: <www.hrcsystems.com>. Acesso em: 08 março 2010.

INNOV-X SYSTEMS. XRF TUBES vs. ISOTOPES, 11 agosto 2004. Disponivel em: <a><www.innovx.com/technology/xrayiso>. Acesso em: 3 fevereiro 2010.

KILLEEN, P. G. Nuclear Techniques for Ore Grade Estimation. In: GUBINS, A. G. **Proceedings of Exploration 97:** Fourth Decennial International Conference on Mineral Exploration. [S.I.]: [s.n.], 1997. p. 677–684.

LAHTINEN, M. Minerals Processing newsletter. **Output - Issue 6**, março 2004. Disponivel em: <http://www.outotec.com/pages/Page.aspx?id=10146&epslanguage=EN>. Acesso em: 14 abril 2010.

81

LIM, C. S.; SOWERBY, B. D. On-line bulk elemental analysis in the resource

industries using neutron-gamma techniques. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 264, 2005. 15-19.

MEECH, J. A. Lecture 9B - Process Control Strategies in Mineral Processing. MINE
432: Industrial Automation and Robotics in Mining, 2006. Disponivel em:
">http://www.mining.ubc.ca/faculty/meech/MINE432/>. Acesso em: 12 abril 2010.

MICHAUD, D. et al. Shooting slurries with laser-induced breakdown spectroscopy: sampling is the name of the game. **Optics InfoBase - Applied Optics**, 42, 2003. 6179-6183.

OLIVEIRA, L. C. M. D. IE 607A - Medidas para Caracterização e Análise de Materiais, 27 Junho 2000. Disponivel em: <http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/IE607A.html>. Acesso em: 26 Janeiro 2010.

OUTOTEC. Courier® 5i SL and Courier® 6i SL - The high performance XRF onstream slurry analyzers. **Outotec Home Page**, Dezembro 2008. Disponivel em: <www.outotec.com>. Acesso em: 1º Fevereiro 2010.

PARELLA, T. NMR Periodic Table - Iron NMR. Instituto de Química Física Rocasolano, 2003. Disponivel em: <rmn.iqfr.csic.es>. Acesso em: 8 março 2010.

PERSECHINI, M. A. M. et al. Instrumentalção de uma coluna de flotação piloto para desenvolvimento de técnicas de controle avançadas. **Série Tecnologia Mineral**, Rio de Janeiro, 2001.

PHYWE SYSTEME GMBH. X-ray monochromatization - LEP 5.4.02. **Página do Prof. Jair Carlos Checon de Freitas**. Disponivel em: . Acesso em: 27 janeiro 2010.

PROCTOR, J. R. Neutron Activation Analyzers. In: MCMILLAN, G. K.; CONSIDINE, D. M. **Process Industrial Instruments and Controls Handbook**. [S.I.]: McGraw-Hill, 1999.

RETALLACK, C. M. A. D.; MADSEN, I. Plant Optimisation and Control Using Continuous On-line XRD for Mineral Phase Analysis, abril 2001.

REUSCH, W. H. Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. **Michigan State University - Department of Chemistry**. Disponivel em: <www.cem.msu.edu>. Acesso em: 8 março 2010.

ROCHA, S. Notas de Aula de Física das Radiações, 14 agosto 2008. Disponivel em: http://201.21.196.138/central/download.jsp. Acesso em: 19 fevereiro 2010.

SCHABERLE, F. A.; SILVA, N. C. D. Introdução à Física da Radioterapia. **Centro de Ciências Físicas e Matemática - Departamento de Física**, 2000. Disponivel em: http://www.fsc.ufsc.br/~canzian/intrort/interacao.html. Acesso em: 19 fevereiro 2010.

SIEBER, J. R. Matrix-Independent XRF Methods for Certification of Standard Reference Materials. JCPDS-International Centre for Diffraction Data - Advances in X-ray Analysis, 45, 2002.

SILVA, A. J. D. Sistema de Medição Teor de Sílica em Minério de Ferro por Análise de Imagem. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, I, janmar 2005. 64-67.

SILVA, L. A. D.; FERREIRA, A. M. Analisadores Químicos On-Line Utilizados na Indústria de Beneficiamento de Minério de Ferro: Pré-Requisitos, Benefícios e Riscos a Serem Avaliados Para Aquisição. **IX Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro**, Ouro Preto, 25 a 28 Novembro 2009.

THERMO FISHER SCIENTIFIC. Thermo Scientific LESA Online Light Element Slurry Analyzerfor Iron Ore Processing. **LESA - Light Element Slurry Analyzer**, 2007. Disponivel em: <www.thermo.com>. Acesso em: 4 fevereiro 2010.

THERMO FISHER SCIENTIFIC. Thermo Scientific Multi-Stream Analyzer (MSA). **Thermo Fisher Scientific**, 2008. Disponivel em: <www.thermo.com>. Acesso em: 2 Fevereiro 2010.

THERMO FISHER SCIENTIFIC. Wavelength Dispersive X-Ray Spectroscopy (WDS/WDX). **Thermo Fisher Scientific**, 2009. Disponivel em: <www.thermo.com>. Acesso em: 2 fevereiro 2010.

THWAITES, P. Process Control in metallurgical plants — From an Xstrata perspective. **Annual Reviews in Control**, n. 31, 2007. 221–239.

TURMEL, S. et al. On-Line Elemental Analysis in an Iron Ore Concentrate Slurry. In: SOCIETY, I. A. S. **58th Iron Making Conference Proceedings**. [S.I.]: AIME, 1999. p. 515-523.

VOURVOPOULOS, G.; WOMBLE, P. C. Pulsed fast/thermal neutron analysis: a technique for explosives detection. **Talanta**, 54, 10 maio 2001. 459-468.

WILLS, B. A.; NAPIER-MUNN, T. J. Mineral Processing Technology. 7^a. ed. [S.I.]: Elsevier Science & Technology Books, 2006. Cap. 2, p. 30-38.

8 Anexos

ANEXO A – Tabela Periódica

