



Faculdade de Ciências

Departamento de Química

Curso de Licenciatura em Química Industrial

Avaliação da Aplicabilidade do Processo de Flotação com Água Sem Coadjuvantes (Processo de Kumara) na Purificação da Grafite de Balama



Autor: Sanane, Manuel Maurício

Maputo, Junho de 2026



Faculdade de Ciências

Departamento de Química

Curso de Licenciatura em Química Industrial

Avaliação da Aplicabilidade do Processo de Flotação com Água sem Coadjuvantes (Processo de Kumara) na Purificação da Grafite de Balama



Autor: Sanane, Manuel Maurício

Supervisor: Prof. Doutor Arão João Manhique

Co-supervisor: Prof. Doutor Alcides Siteo

Co-supervisora: Mestre Argentina Elias Munguno

Maputo, Junho de 2026

DEDICATÓRIA

Dedico inteiramente esta conquista aos meus progenitores Tarcísio Sanane Angwidile e Luciana Takes Sipaipai pela educação que me deram, desde a minha infância até hoje.

Ao meu filho Tarcísio Manuel M. Sanane pela companhia, paciência, amor e incentivo de continuarmos juntos a combater esta luta.

Aos meus irmãos Zacarias Maurício, Carlos Tiano, Martins Fabião e meu professor Duarte Mala pela paciência, apoio moral e financeiro.

Às minhas irmãs Regina Maurício e Servia Tarcísio Sanane pelo apoio moral, carinho e compreensão.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela sua infinita misericórdia e pela bênção da minha vida.

Aos meus pais, Tarcísio Sanane Angwidile e Luciana Takes Sipaipai pela fé da criação e boa educação, que me levou a alcançar este grande marco na minha vida.

Aos meus irmãos, Zacarias Maurício Sanane, Servia Maurício Sanane e Regina Maurício Sanane pela compreensão, motivação e contributo.

Ao meu supervisor Prof. Doutor Arão Manhique e aos co-supervisores Prof. Doutor Alcides Siteo e Mestre Argentina Elias Munguno, pela paciência, dedicação, disponibilidade imediata e apoio moral.

Ao meu filho Tarcísio Manuel M. Sanane pelo amor, coragem e força de vontade da sua companhia ao longo do meu sacrifício.

Aos meus irmãos Martins Fabião e Carlos Tiano, pelo apoio moral, contribuições, acompanhamento e pela ajuda financeira.

Ao meu professor Duarte Mala, pelo apoio moral e contribuição financeira.

À Licenciada Nelda, pela disponibilização de materiais e equipamentos do Laboratório.

Ao técnico da Fábrica de Grafite de Balama, Samuel Matete, pela disponibilização da amostra geológica e produto processado para uso nas minhas experiências de Laboratório.

Aos meus amigos e colegas Salvador José Nhane, Aiuba Mussa Burange, Moisés Pius Navanga, Menguisto Jorge, António J. Vakoman'gane, Belmira Paulo e Anakadula, que contribuíram pelo apoio moral e acompanhamento durante a caminhada.

Aos técnicos e funcionários do Departamento de Química da UEM, pela amizade que tivemos e pelo apoio moral.

A todos meus queridos que contribuíram na execução deste trabalho e acompanharam a caminhada da minha formação.

DECLARAÇÃO DE HONRA

Eu, Manuel Maurício Sanane, declaro por minha honra que o presente trabalho de licenciatura é da minha autoria e constitui resultado da minha investigação e pesquisa individual e nunca foi apresentado, integral ou parcialmente, em qualquer outra instituição para a obtenção de grau académico. Declaro ainda que o conteúdo do presente trabalho é original e as fontes consultadas para a sua elaboração estão identificadas nas referências bibliográficas.

Maputo, Junho de 2026

(Manuel Maurício Sanane)

RESUMO

A grafite é um material de elevado interesse tecnológico, e Moçambique possui importantes reservas deste recurso na província de Cabo Delgado e Niassa. A grafite é aplicada em reactores nucleares, aeroespaciais, materiais avançados, na manufactura de baterias, revestimento condutivo, revestimento de fundição, materiais de fricção, células de combustível, junta e vedações, produção de aço e ferro, produção de materiais na indústria de vidro, produção de refractários, entre outros. O minério da grafite é geralmente acompanhado de minerais da ganga, o que não permite a sua utilização directa, sem um tratamento prévio. O estudo explorou a possibilidade da utilização de água como meio de concentração da grafite, para reduzir o uso dos produtos químicos agressivos que contaminam o meio ambiente.

O processo consistiu em suspender o minério em água, agitar, deixar a suspensão em repouso e depois decantar para recolher a grafite (pura) no sobrenadante. Os materiais, minério, a grafite concentrada, o resíduo e as águas residuais foram caracterizadas por difracção de raios-X (XRD), microscopia electrónica de varredura (SEM), fluorescência de raios-X (XRF) e espectroscopia de emissão óptica por plasma inductivamente acoplado (ICP-OES).

Os resultados mostraram que o minério é composto essencialmente por grafite e quartzo. Os resultados de XRF mostraram teores elevados de Si, Al, Fe, K, S e Zn, para além de outros elementos em quantidades menores e traço. A grafite concentrada nas condições óptimas, rácio sólido:líquido de 0,01 g/mL, tempo de agitação de 180 minutos a 4000 rpm, usando minério com tamanho < 88 µm e um tempo de repouso da suspensão de 48 horas, produziu um concentrado com teor de carbono fixo de 88,9%, teor ligeiramente inferior ao padrão de comparação usado (90,8%), grafite concentrada na fábrica. Contudo a quantificação da grafite pelo método de XRD mostrou que o teor da grafite na amostra produzida neste trabalho era superior ao do padrão, sugerindo que o método pode ser usado para fins industriais. A presença de Al, Fe, K, S, Ca e Zn depois da concentração da grafite sugere que talvez seja necessário acidificar ligeiramente a água da suspensão para auxiliar na dissolução dos metais da ganga.

Palavras-chaves: Avaliação, Flotação da Grafite Natural de Balama.

Índice

DEDICATÓRIA	iii
AGRADECIMENTOS	iv
DECLARAÇÃO DE HONRA.....	v
RESUMO.....	vi
Índice de Figuras	ix
Índice de Tabelas	x
LISTA DE ABREVIATURAS	xi
1. Introdução	1
1.1.1. Geral.....	2
1.1.2. Específicos	2
1.2. Justificativa	2
1.3. Metodologia	3
2. Revisão bibliográfica	4
2.1. Pequena história da descoberta da grafite do distrito de Balama	4
2.2. Características da grafite natural.....	5
2.3. Classificação da grafite	5
2.4. Minério da grafite na natureza	6
2.5. Fontes da grafite.....	8
2.6. Método da concentração da grafite natural	8
2.7. A flotação.....	10
2.8. Processo simplificado de purificação da grafite natural (processo de Kumara)	11
2.9. Velocidade de agitação	12
2.10. Influência do tamanho das partículas.....	12
2.11. Caracterização da amostra	15
2.11.1. Análise de espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF).....	15
2.11.2. Análise de espectroscopia de difração de raios-X (XRD).....	15
2.11.3. Análise de espectroscopia de plasma indutivamente acoplado (ICP).....	17
2.12. Aplicações da grafite natural.....	18
2.13. Exigência do teor de carbono e tendência do mercado	18
2.14. Determinação do teor da humidade, volatilidade e cinzas totais	19
3. Parte Experimental.....	21
3.1. Materiais	21

3.2.	Separação mecânica	21
3.3.	Processo de purificação da grafite natural	22
3.4.	Optimização do processo de purificação.....	23
3.4.1.	Optimização do tempo de agitação	24
3.4.2.	Optimização do rácio sólido:líquido	24
3.4.3.	Optimização da velocidade de agitação	24
3.4.4.	Optimização do tempo de repouso para a decantação.....	24
3.4.5.	Optimização do tamanho das partículas.....	25
3.5.	Caracterização das amostras	25
3.5.1.	Difracção de raios-X	25
3.5.2.	Espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF)	26
3.5.3.	Espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).....	26
3.6.	Determinação da qualidade da grafite purificada.....	26
3.6.1.	Determinação da humidade.....	26
3.6.2.	Determinação da volatilidade.....	27
3.6.3.	Determinação do teor de cinzas totais.....	28
3.7.	Critérios de validação de resultados.....	29
3.8.	Avaliação dos dados não normais (dados anómalos).....	29
4.	Resultados e Discussão	31
4.1.	Composição do minério da grafite	31
4.2.	Purificação da grafite	32
4.2.1.	Efeito do tempo de agitação e do rácio sólido:líquido (S:L).....	32
4.2.2.	Efeito do tempo de repouso	33
4.2.3.	Efeito da velocidade de agitação	34
4.2.4.	Efeito do tamanho das partículas	35
4.3.	Caracterização da grafite obtida.....	36
4.3.1.	Composição mineralógica da grafite produzida.....	36
4.3.2.	Composição elementar da grafite.....	39
4.4.	Avaliação da qualidade da grafite produzida	40
5.	Conclusão.....	42
5.1.	Recomendações.....	43
	Referências Bibliográficas	44
	Anexos	48

Índice de Figuras

Figura 1: Representação das folhas de grafeno empilhadas unidas por interações de Van der Waals (Saturnino, 2019).	5
Figura 2: Amostras da grafite em flocos (A), grafite de veio cristalino (B) e grafite amorfa (C) (Jara et al., 2019).	6
Figura 3: Recursos de minério da grafite de Balama.	7
Figura 4: Fluxograma do processo de obtenção da grafite por meio de flotação (Kumara et al., 2021). ..	11
Figura 5: Esquema ilustrativo do fenómeno de difracção de raios-X (Gobbo, 2009).	16
Figura 6: Imagens da separação mecânica da grafite natural: A – minério da grafite; B – moagem; C – separação granulométrica.....	21
Figura 7: Fluxograma geral do processamento da grafite natural.....	22
Figura 8: Analisador de raios-X de difracção.....	25
Figura 9: Difractograma do minério da grafite, usando a linha Cu-K α . Legenda: Q – quartzo; G - grafite	31
Figura 10: Efeito do tempo de agitação e do rácio sólido:líquido (S:L) no rendimento do processo de recuperação da grafite do minério.....	33
Figura 11: Imagens da experiência deixado durante o tempo da separação das partículas; A – 24 h de repouso; B – 48 h de repouso.....	33
Figura 12: Efeito do tempo de repouso em função do rendimento.....	34
Figura 13: Efeito da velocidade de agitação em função do rendimento da extracção da grafite.	35
Figura 14: Efeito do tamanho das partículas no rendimento da grafite.	36
Figura 15: Difractogramas obtidos da rocha grafítica (grafite bruta), do padrão e das duas fracções granulométricas comparadas (T < 63 e T < 88). Legenda: Q – quartzo; G - grafite.....	37
Figura 16: Difractogramas obtidos da rocha grafítica (matéria prima), padrão e resíduos (T < 63 e T < 88). Legenda: Q – quartzo; G - grafite.....	37
Figura 17: Análise quantitativa dos componentes cristalinos e materiais amorfos.	38

Índice de Tabelas

Tabela 1: Classificação dos sedimentos segundo a granulometria (Giannini, 2011).	14
Tabela 2: Exigência do teor do carbono e suas aplicações (Sampaio et al., 2005).	19
Tabela 3: Composição elementar do minério da grafite obtida por XRF.	31
Tabela 4: Resultados da avaliação da qualidade da grafite purificada nas condições otimizadas.	40

LISTA DE ABREVIATURAS

ICP	Plasma Indutivamente Acoplado (<i>inductively coupled plasma</i>)
ICP-OES	Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (<i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy</i>)
ICP-MS	Espectrometria de Massa com Plasma Indutivamente Acoplado (<i>Inductively Coupled Plasma-Mass Spectroscopy</i>)
ICPE	Espectroscopia de Emissão com Plasma Indutivamente Acoplado (<i>Plasma Atomic Emission Spectrometer</i>)
<i>M</i>	Massa
NRM	Normas Reguladoras de Mineração
RF	Radiofrequência
RSD	Desvio padrão relativo
Rpm	Rotações por minuto
<i>S</i>	Desvio padrão
<i>X</i>	Média
XRD	Espectroscopia de Difração de Raios-X (<i>X-ray Diffraction</i>)
XRF	Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X (<i>X-ray Fluorescence Analysis</i>)
Xtal	Quantidades dos componentes cristalinos
Xtal+A	Quantidades dos componentes cristalinos e materiais amorfos
°C	Graus Celsius
%w	Teor mássico

1. Introdução

A grafite natural é um mineral de elevada importância económica e industrial, é aplicado tradicionalmente na produção de lápis, eléctrodos para a electroquímica, na fundição e na indústria de lubrificantes. Modernamente a grafite é aplicada nas baterias de automóveis eléctricos, em sistemas de produção de energia nuclear, em dispositivos de armazenamento de energia e como matéria-prima para a produção de grafeno, um material que abriu novas fronteiras para aplicação da nanotecnologia em diversas áreas (Campanaro & Gonçalves, 2025). Devido a estas múltiplas aplicações, a procura pela grafite está a aumentar consideravelmente. Contudo, a aplicação da grafite está dependente da sua purificação, que determina o valor, o mercado e finalmente a sua aplicação (Yadav et al., 2025).

A aplicação da grafite tem sido feita por diversos métodos que incluem flotação, lixiviação ácida, ustulação alcalina, ustulação por cloração, purificação térmica e purificação termoquímica em alta temperatura (Chelgani et al., 2016; Ghosh, 2024; Mustika et al., 2019; Mustika et al., 2021; Vasumathi et al., 2023). Dentre estes métodos, a flotação é aquela que é usada como método de pré-concentração, permitindo que sejam atingidos níveis de concentração da grafite na ordem de 80 a 90% de carbono. Níveis de concentrações mais elevados (acima de 98%) são atingidos usando métodos adicionais (Silva, 2019).

Método de flotação actualmente usado na indústria, para além da água, são aplicados compostos químicos como sulfatantes, depressantes e espumantes, destinados a melhorar a eficiência do processo de flotação (Chelgani et al., 2016). A presença destes reagentes é vista como inimiga do ambiente, havendo a necessidade de procurar formas de tornar o processo mais ambientalmente aceitável (Kumara et al., 2021).

Moçambique possui importantes reservas de grafite na província de Cabo Delgado, distrito de Balama, Ancuabe e Montepuez. Estas reservas, tal como outras fontes da grafite, apresentam impurezas geralmente de mica, quartzo, feldspatos e carbonatos que precisam ser reduzidas, ou mesmo eliminá-las, para que seja aplicada ou ainda seja introduzida em outros métodos de purificação para atingir os níveis de pureza desejados (Chelgani et al., 2016; Ghosh, 2024).

Kumara et al. (2021) propôs um novo método de purificação da grafite em que não são aplicados coadjuvantes químicos no processo de flotação. O processo consiste essencialmente no uso da água como meio de suspensão do mineral. Trata-se de um processo ambientalmente seguro e não gera resíduos perigosos. Assim, o trabalho pretende verificar a aplicabilidade deste processo de Kumara et al. (2021) na purificação da grafite de Balama, através da optimização dos parâmetros da sua aplicação.

1.1. Objectivos

1.1.1. Geral

- Avaliar a aplicabilidade do processo de flotação com água sem coadjuvantes (processo de Kumara) na purificação da grafite de Balama.

1.1.2. Específicos

- Determinar a composição mineralógica e química da grafite de Balama;
- Determinar as condições de aplicação da flotação sem coadjuvantes através da avaliação do efeito do tempo de agitação, rácio sólido/líquido, tempo de repouso, velocidade de agitação e tamanho das partículas;
- Determinar a composição química e mineralógica da grafite produzida pelo método.

1.2. Justificativa

A actividade de mineração é reconhecida como de elevado impacto ambiental. Todavia, o elevado índice de rejeitos gerados durante o processo produtivo e a quantidade de carga movimentada, permite a emissão de maior quantidade de poluentes para a atmosfera, prejudicando assim a saúde humana. Portanto, os sectores de mineração actualmente enfrentam grandes desafios através da adopção de novas tecnologias para redução dos impactos ambientais causados pelas indústrias. Esses desafios são capazes de atender os requisitos de desenvolver operações cada vez mais eficientes para reduzir danos ambientais. Neste trabalho, desenvolveu-se uma técnica que permite optimização, controle e redução do uso dos produtos químicos no tempo das operações do minério, de modo a atender a necessidade do meio ambiente e desenvolver operações cada vez mais eficientes.

1.3. Metodologia

O presente trabalho foi realizado por meio da recolha das informações de seguinte metodologia:

- A pesquisa bibliográfica consistiu na recolha das informações gerais sobre aspectos relacionados com o desenvolvimento da purificação da grafite natural e com o respectivo processo de produção.
- Outra etapa consistiu no tratamento da amostra (trituração e separação mecânica), realização dos ensaios laboratoriais (processo de agitação e separação dos cristais), tratamento dos resultados e elaboração do trabalho final.

2. Revisão bibliográfica

A grafite é uma das três formas alotrópicas do carbono. A base da formação da grafite é o *carbono puro*, que também forma o diamante (natural) e o fulereno (artificial) (Santos, 2018). Este mineral raramente é encontrado na natureza na forma pura; sempre há uma parcela de impurezas na sua composição, como sulfeto, óxidos de ferro ou outras substâncias (Belém, 2018).

Grafite é um mineral cinzento-escuro, metálico e macio, que ocorre na natureza em forma de cristais hexagonais com estrutura em camadas. É também chamado de *chumbo negro* – nomenclatura usada pelos cientistas. A palavra grafite tem origem no termo grego *graphein* que significa *escrever*. Esse material é um alótropo do carbono que pode ser definido como sobreposições de folhas de grafeno unidas por interações fracas do tipo forças de Van der Waals (Saturnino, 2019).

2.1. Pequena história da descoberta da grafite do distrito de Balama

A grafite em Moçambique, foi inicialmente descoberta no distrito de Balama em Cabo Delgado, pela primeira vez em 1893 por John Furman, um engenheiro geólogo que trabalhava em Nyassa Company, uma das empresas majestáticas concessionárias de terras. No seu relatório, John Furman declarou que: “a norte de Mualia descobri os maiores depósitos da grafite, de excelente qualidade”, estendendo por várias milhas de comprimento e agregado mais de 700 pés (214 m) de espessura. A Nyassa Company foi constituída como uma empresa portuguesa mas era parcialmente detida por interesses britânicos e franceses. A empresa foi concedida uma carta, para estabelecer o desenvolvimento económico e administrar os territórios arrendados (província de Cabo Delgado, bem como ilhas ao longo da costa moçambicana) pelo governo Português (Igbini, 2013b).

Em 2011, a *Twigg Mining & Exploration Lda*, uma subsidiária de *Syrah Resources Limited*, propõe o desenvolvimento de uma mina da grafite no distrito de Balama em Cabo delgado. Em Dezembro do mesmo ano, a Syrah adquiriu 100% da propriedade do Projecto da Grafite de Balama e realizou perfurações de poços para pesquisa da grafite usando brocas de diamante para definição de recursos de forma a estabelecer a viabilidade do recurso da grafite o qual apresenta um potencial muito forte para se desenvolver uma operação mineira (Zide, 2015).

2.2. Características da grafite natural

A grafite natural encontra-se nas formas: laminar, agregada em flocos (*flake*) e disseminada nas rochas xistosas. O mineral também ocorre em veio e exibe uma estrutura folheada ou fibrosa. A grafite é um mineral preto lustroso que cristaliza no sistema hexagonal, com sistema romboédrico. Os cristais têm a forma tabular de seis faces, que são normalmente estriadas. As folhas têm clivagem basal perfeita e são opacas. Quando bem cristalizadas, possuem brilho metálico, enquanto o material amorfo é preto terroso (Sampaio et al., 2008). Boas condutividades eléctricas e térmicas são obtidas nas camadas devido a ligação metálica no plano que permite electrões deslocalizados livres capazes de se mover na direcção do plano (Zhao, 2022).

A grafite apresenta essas propriedades condutoras devido a presença de electrões π conjugados (Saturnino, 2019). Os planos bidimensionais da grafite são chamados de grafeno, como mostra a Figura 1. Portanto, na direcção perpendicular, a condutividade térmica e eléctrica não é alta. Isso ocorre porque as camadas são conectadas por meio de forças de Van der Waals, que são fracas (Zhao, 2022).

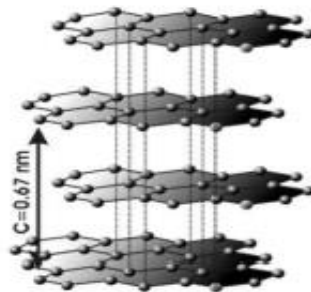


Figura 1: Representação das folhas de grafeno empilhadas unidas por interações de Van der Waals (Saturnino, 2019).

2.3. Classificação da grafite

A grafite pode ter origem natural ou artificial, sendo que na forma natural pode apresentar de diferentes formas físicas. O mineral pode ser classificado em três tipos comerciais, conforme ilustrado na Figura 2 (Saturnino, 2019).



Figura 2: Amostras da grafite em flocos (A), grafite de veio cristalino (B) e grafite amorfa (C) (Jara et al., 2019).

- ❖ **Grafite em flocos** – apresenta empilhamentos de folhas de grafeno (Saturnino, 2019). A concentração de carbono no minério pode variar entre 3 a 18%. As impurezas são usualmente, minerais comuns de rochas meta-sedimentares, tais como: quartzo, feldspato, mica, anfíbola e granada (Brito et al., 2018).
- ❖ **Grafite em veio cristalino** – esta é a única forma natural do carbono, também chamada de *lump* ou grafite altamente cristalina. Encontrada em veio cristalinos bem definidos ou acumulada em pacotes ao longo dos contactos intrusivos entre pegmatitos e calcário (Brito et al., 2018). Este tipo de grafite é o mais raro, mais valioso e com a melhor qualidade de grafite natural (Saturnino, 2019). As impurezas incluem: quartzo, feldspato, pirite, piroxênio, apatite e calcite (Brito et al., 2018).
- ❖ **Grafite amorfa** – formada pela metamorfismo térmico do carvão (Saturnino, 2019). A grafite amorfa apresenta característica duma aparência preta terrosa e é macia ao tacto. Os depósitos dessa forma do mineral foram formados por metamorfismo de contacto, enquanto outros são provavelmente resultados da dinâmica (regional) do metamorfismo. A natureza e a quantidade das impurezas dependem da rocha que deu origem ao jazigo (Brito et al., 2018).

2.4. Minério da grafite na natureza

A concentração da grafite natural nos minérios, depende da geologia da zona. Apesar do teor de carbono na grafite comercializada no mercado serem considerados a cerca de 90 – 99,8% a sua pureza natural está frequentemente no limite inferior desta gama devido à presença de minerais de ganga que estão naturalmente associados aos veios da grafite. Além disso, a pureza da grafite natural varia de local para local no mesmo depósito e a presença de impurezas indesejadas diminui

a qualidade (Kumara et al., 2021). A remoção de quaisquer impurezas dentro da estrutura da rede ajuda a obter um material da grafite altamente purificado para aplicações tecnológicas de ponta (Jara et al., 2019). Portanto, o desenvolvimento de uma técnica do processo de purificação simples, de baixo custo, escalável e amigo do ambiente é muito importante e viável para uma melhor utilização industrial da grafite natural (Kumara et al., 2021).

Geralmente, em muitas zonas, os minérios de grafite naturais possuem teores do carbono que variam de 3 a 18% (Bernardes, 2018). Os minérios de grafite de Moçambique, principalmente minérios da grafite de Balama em Cabo Delgado, possuem teores que variam de 4 a 18% (Igbinigie, 2013). De modo geral, o minério da grafite natural após ser lavrado, é concentrado em produtos cujo teor de carbono fixo varia de 65.5 a 99.9% (Saturnino, 2019).

A Figura 3 abaixo, mostra as imagens do minério da grafite de Balama. A geologia do depósito do minério de Balama é extremamente dominada por minerais metamórficos com mineral de argila, anfibólico e conteúdo de granada dentro de uma matriz de silicato e enriquecida em metais de diversos elementos. Quase todos metais comuns, como Au, Ag, As, Ba, Fe, Cu, Cr, Zn, L, Co, C, Mo, Ni, Pb, V, W e Y estão acima das concentrações médias da crosta. Portanto, esta formação dos depósitos que permitiu a concentração de metais, explica por que razão a região da área de Balama é de alto valor económico (Coller, 2014).



Figura 3: Recursos de minério da grafite de Balama.

2.5. Fontes da grafite

Geralmente, existem três fontes principais da grafite:

- **A grafite natural** é extraída directamente de minas. Esta é a fonte mais importante de materiais da grafite hoje, mas muitas vezes contém muitas impurezas e é difícil de ser aplicada directamente (Zhao, 2022)
- **A grafite sintética** é obtida em alta temperatura, acima de 2800°C em um processo de grafitização dos materiais industriais. As principais matérias-primas para a produção industrial em larga escala de grafite sintético são o coque de petróleo calcinado e o piche de alcatrão de carvão (Zhao, 2022).
- **Bio-grafite** (grafite derivada da biomassa) é obtido principalmente por pirólise e grafitização catalítica de alta temperatura de materiais orgânicos. Este método moderno de produção da grafite é obtido a partir de vários tipos de materiais de biomassa como madeira, celulose, entre outras. Os principais componentes das impurezas provêm de duas partes: uma parte são os oligoelementos contidos na biomassa e a outra parte é o elemento metálico catalisador adicionado no processo de grafitização (Zhao, 2022).

2.6. Método da concentração da grafite natural

Quando a grafite natural é extraída do mineral, o seu teor de carbono é geralmente baixo (que variam de 3 a 18%) (excepto para grafite de veio). Portanto, a produção da grafite natural precisa passar por diversos processos de enriquecimento e remoção das impurezas, que incluem principalmente as etapas de britagem, tratamento e refino da grafite. Actualmente muitas tecnologias foram desenvolvidas e aplicadas para remover as impurezas (Zhao, 2022):

- **Método de flotação:** a flotação é um processo de separação e concentração baseado nas diferenças das propriedades físico-químicas das interfaces (Florena et al., 2016). Este método consiste na introdução de bolhas de ar a uma suspensão de partículas (Massi et al., 2008). No processo de flotação, o minério é misturado com a solução em um recipiente, formando uma polpa sob agitação. Ao se injectar ar no interior da polpa agitada, ocorre a formação de bolhas de ar no interior da mesma polpa. As partículas hidrofóbicas, ao entrarem em contacto com as bolhas de ar, ficam aderidas nas bolhas e são arrastadas para

a superfície. As partículas hidrofílicas ficam remanescentes na polpa em agitação (Diniz, 2013).

- **Método de alta temperatura:** este método baseia-se na transferência de calor por condução, convecção e/ou radiação (infravermelha e microondas) mas nos recipientes que estão sendo processados dentro da autoclave, essa transferência faz-se por meio de dois processos (Silva, 2018):
 - ❖ Aquecimento por condução, que consiste na transferência directa do calor de partículas por contacto, a partir das paredes do recipiente,
 - ❖ Aquecimento por convecção, baseia-se na transferência de calor pelo movimento da massa das partículas aquecidas por um fluido como o ar, vapor ou água.

Método de purificação de alta temperatura pode obter grafite de maior pureza. A desvantagem deste método decorre de enorme consumo de energia necessária e poluição ambiental (Sampaio et al., 2005).

- **Método da concentração gravítica:** concentração gravítica é um processo pelo qual as partículas de diferentes densidades, tamanhos e formas são separadas uma das outras por acção da força da gravidade ou por força centrífuga. Este método baseia-se na diferença de densidade existente entre os minerais presentes, utilizando-se um meio fluido (água ou ar) para efectivar a separação/concentração (Souza, 2013).
- **Método da separação magnética:** separação magnética é uma técnica empregada no processamento mineral do sector da mineração que visa a separação e/ou concentração de minerais que apresentam diferentes respostas ao campo magnético associadas às espécies mineralógicas individualmente. Este método baseia-se nas variações relativas de tamanho e composição. Essa separação é obtida pela mudança no fluxo de partículas através de peças apropriadas de equipamento que são denominado separador, que possuem características magnéticas. Neste processo, uma determinada força é aplicada nas partículas que, em função de diferentes propriedades como tamanho, forma e densidade, são afectado de modo que a intensidade, resulta na separação das partículas (Mendes et al., 2021).
- **Método electrostático:** o princípio da separação electrostática, baseia-se no facto de que os minerais de um determinado minério podem receber cargas superficiais, quando

submetidos a um campo eléctrico. Os minerais podem obter cargas positivas ou negativas, dependendo das condições da electrização dos mesmos. Uma vez carregadas, as partículas minerais percorrem trajectórias distintas ao atravessarem uma determinada região do espaço, na qual há um campo eléctrico. Este princípio é muito usado na separação de minerais (Sampaio et al., 2005).

2.7. A flotação

A flotação é um método da separação em que determinadas partículas sólidas desejadas, presente em um meio líquido, são separadas e arrastadas para a superfície através de bolhas de ar, precipitando-se minerais indesejados no fundo do recipiente. Isto ocorre através da manipulação das propriedades físico-químicas de superfícies das espécies sólidas presentes (Santana, 2007). O princípio é a hidrofobicidade da grafite nos planos de clivagem devido à sua baixa energia superficial. A medida da sua hidrofobicidade superficial é principalmente o ângulo de contacto da grafite no sistema ar-água-mineral, que depende do pH da solução e do processo do tratamento da superfície (Zhao, 2022).

O sistema de flotação contempla a presença de três fases: fase sólida – que representa material a separar; fase líquida – que representa a água e fase gasosa – a parte do ar que arrasta as partículas da grafite para a superfície. O processo de flotação apresenta-se em três formas (Santana, 2007):

- ❖ Flotação em óleo: Baseia-se na afinidade natural que alguns minerais apresentam por óleo. Deste modo, em misturas de água-óleo, estes minerais são separados passando da interface óleo-água para a fase oleosa, enquanto os minerais de ganga permanecem na fase aquosa.
- ❖ Flotação pelicular: Este processo consiste na separação de minerais por meio da água pura, aproveitando-se as suas propriedades hidrofóbicas. O método baseia-se em fazer com que o minério seco moído seja colocado em contacto com a água, em que as partículas de interesse flutuadas são descarregadas na parte superior.
- ❖ Flotação por espuma: Consiste na adesão do mineral a uma bolha do ar, isto é, para que as partículas minerais que flutuam deve tornar-se selectivamente hidrofóbico.

2.8. Processo simplificado de purificação da grafite natural (processo de Kumara)

Quando a grafite natural é extraída do mineral, o seu teor de carbono é geralmente baixo (excepto para grafite de veio). A presença de impurezas (Si e Al) impede o fluxo de electrões e reduz a condutividade da grafite, diminuindo a sua pureza e qualidade. Portanto, a produção da grafite natural precisa passar por diversos processos de enriquecimento e remoção de impureza, que incluem principalmente as etapas de britagem, processamento e refino da grafite (Zhao, 2022).

A Figura 4 mostra o diagrama de fluxo do processo de purificação de Kumara, usando fotografias em cada etapa. Amostras grosseiras de cada variedade foram quebradas em pequenos pedaços e trituradas em moinhos de bolas por 20 minutos para formar grafite em pó. Uma porção de 5 g da fracção de tamanho de partícula inferior a 63 μm foi adicionada a 500 mL de água desionizada, em temperatura ambiente, enquanto agitava-se continuamente. As partículas finas da grafite são então dispersas na solução e as partículas mais grossas assentam no fundo do recipiente. Uma vareta de vidro foi mergulhada na suspensão e a suspensão foi agitada girando a vareta de vidro em torno do eixo vertical. Então, as partículas finas movem-se para cima com as bolhas de ar geradas e flutuam na superfície da água (Kumara et al., 2021).

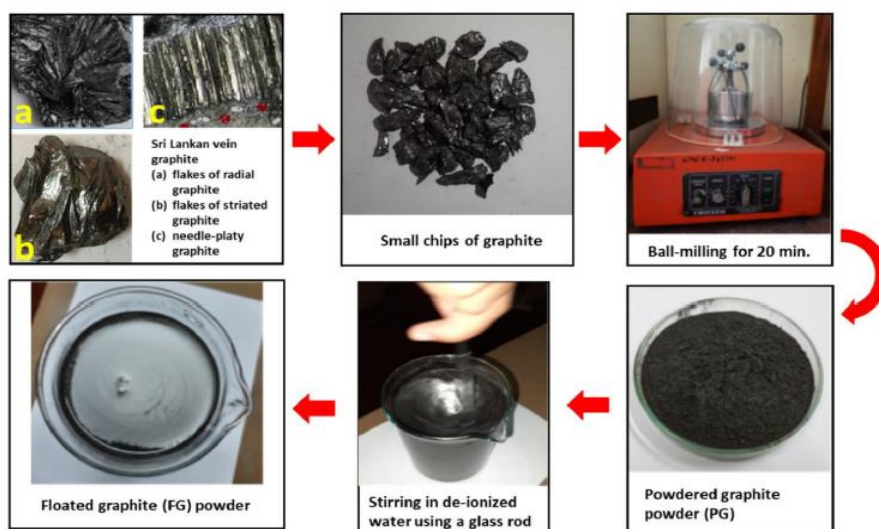


Figura 4: Fluxograma do processo de obtenção da grafite por meio de flotação (Kumara et al., 2021).

2.9. Velocidade de agitação

Uma partícula cai com velocidade uniforme (velocidade terminal) no seio de um fluido quando as forças de impulsão e de atrito a que a partícula está sujeita igualam a força da gravidade. A transformação do valor da velocidade uniforme (ou velocidade de sedimentação) no valor do diâmetro da partícula depende de múltiplos factores, nomeadamente do número de Reynolds, do atrito, do factor forma, das correntes de convecção induzidas no fluido, das interacções entre as partículas, da rugosidade da superfície das partículas, do efeito de parede entre outros. As duas leis teóricas fundamentais que traduzem a queda das partículas são: a lei de Stokes, que se baseia no princípio de que uma esfera, ao cair no seio de um fluido, está sujeita à actuação de duas forças de sinal contrário: a da resistência R_f , devido à viscosidade do fluido e à força da gravidade, cuja actuação é moderada pela impulsão e a lei do Impacto de Newton. No caso de partículas sólidas em queda no seio de um fluido em repouso, podem afirmar que, quando a partícula entra em velocidade uniforme, a força de arraste é igual à força da gravidade, sendo portanto, nula a resultante das forças que actuam sólido. Então, a partícula fica animada de movimento uniforme (Dias, 2004).

2.10. Influência do tamanho das partículas

A análise granulométrica consiste na determinação das dimensões das partículas que constituem as amostras e no tratamento estatístico. Basicamente, o que é necessário fazer, é determinar as dimensões das partículas individuais e estudar a sua distribuição, quer pelo seu peso de cada classe dimensional considerada, quer pelo seu volume, quer ainda pelo número de partículas integradas em cada classe. A análise das dimensões das partículas é importante pois permite deduzir indicações preciosas sobre a proveniência (normalmente sobre a disponibilidade de determinados tipos das partículas e sobre as rochas que lhes deram origem), sobre o transporte e sobre os ambientes de posição. Assim, para efectuar a descrição adequada de um sedimento, torna-se necessário proceder a uma análise pormenorizada, utilizando classes granulométricas com pequena amplitude. Quanto menor for a amplitude das classes, melhor é a descrição da variabilidade dimensional das partículas que constituem o sedimento (Dias, 2004).

Para efeito das Normas Reguladoras de Mineração (NRM), o tratamento de minérios visa preparar granulometricamente, concentrar ou purificar minérios por métodos físicos ou químicos sem alteração da constituição química dos minerais. Segundo a NRM-18, todos projectos de tratamento de minérios deve (Souza, 2013):

- Optimizar o processo para obter o máximo aproveitamento do minério e dos insumos, observadas as condições de economicidade e de mercado;
- Desenvolver actividade com a observância dos aspectos de segurança, saúde ocupacional e protecção ao meio ambiente.

O processamento de partículas finas é muito importante para este método da flotação. De acordo com a dimensão das partículas sedimentares, elas são classificadas conforme mostra a Tabela 1. Essa classificação de sedimentos por granulometria, é a base para a determinação dos materiais sedimentares em geral e mesmo das rochas sedimentares (Simandl et al., 2015).

Para estudar a distribuição granulométrica das partículas que constituem um sedimento é preciso utilizar uma escala. As primeiras escalas a serem utilizadas foram as mais evidentes, aritméticas, como é a escala milimétrica, mas a escala aritmética não é a mais apropriada para estudar os sedimentos (Dias, 2004). As faixas de tamanhos das partículas são determinadas por um conjunto de peneiras com aberturas diferentes, mas relacionadas entre si de acordo com o tipo de escala adoptada. Por exemplo, a abertura das peneiras para as escalas Tyler e Richards, está relacionada ao número de malhas (*mesh*), que apresenta o número de aberturas com o mesmo tamanho que cabem no comprimento de uma polegada, 25,4 mm (Correia & Couto, 2010).

Com efeito da Natureza, a maior parte das populações obedece à distribuição do tipo gaussiano. Portanto, propriedades dos sedimentos, tal como a velocidade de sedimentação, variam em função de uma potência da dimensão das partículas. Mesmo se no estudo das populações de partículas sedimentares utilizarem a escala geométrica, verifica-se que as distribuições resultantes se aproximam bastante mais de curva gaussianas (Dias, 2004).

A granulometria das classes texturais muito finas, isto é, do silte e da argila é problemática. Efectivamente, quando se observa teoricamente nas partículas mais finas para a lei de Stokes parece que os resultados são satisfatórios em comparação com a lei de Queda. Mas já quando se entra no domínio das partículas de siltes médios e grosseiros, começam a surgir desvios a esta lei

de Stokes. Então, a utilização da lei de Stokes a todo o domínio da argila e do silte introduz erros não quantificáveis até ao momento. Na análise granulométrica dos finos (silte e argila) utilizam-se geralmente o diâmetro de sedimentação. Contudo, o diâmetro de sedimentação é uma grandeza física teórica que na realidade não é mensurável. Na sua determinação assume-se que as partículas são perfeitamente esféricas e que a superfície das partículas é completamente lisa e regular, e que todas têm a mesma densidade. Não existe nenhuma regra que permite através da velocidade de sedimentação, determinar um diâmetro mensurável das partículas (Dias, 2004).

Tabela 1: Classificação dos sedimentos segundo a granulometria (Giannini, 1987).

Intervalo granulométrico (mm)		Classificação nominal
>256	CASCALHO	Matacão
256 – 64	(ou balastro em Portugal)	Bloco ou calhau
64 – 4.0		Seixo
4.0 – 2.0		Grânulo
2.0 – 1.0	AREIA	Areia muito grossa
1.0 – 0.5		Areia grossa
0.5 – 0.250		Areia média
0.250 – 0.125		Areia fina
0.125 – 0.062		Areia muito fina
0.062 – 0.031	SILTE	Silte grosso
0.031 – 0.016		Silte médio
0.016 – 0.008		Silte fino
0.008 – 0.004		Silte muito fino
<0.004	ARGILA	Argila

Na indústria, existem algumas demandas por grafite de flocos finos (25 μm) o intervalo do tamanho ideal de partícula para flotação de espuma está na faixa de 25 – 75 μm . No processo de Kumara, usou-se a fracção mecânica de tamanho das partículas menor que 63 μm (Kumara et al., 2021). Neste trabalho, usou-se a fracção de tamanhos menores na faixa de 44 – 595 μm .

2.11. Caracterização da amostra

2.11.1. Análise de espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF)

A **espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF)** é uma técnica analítica não destrutiva usada para identificar e determinar as concentrações dos elementos presentes nos sólidos, em pós e em líquidos (Costa, 2016). Trata-se de uma técnica de determinação elementar, que permite a identificação dos materiais, componentes de um objecto, como também o estudo da sua proveniência e tecnologias de fabricação, prestando-se à análise de objecto único (Ferretti, 2008). Este método, baseia-se na medição das intensidades dos raios-X característicos emitidos pelos elementos que constituem a amostra, quando excitada por partículas como electrões, protões ou iões produzidos em aceleradores de partículas ou ondas electromagnéticas, além do processo mais utilizado que é através de tubos de raios-X (Santos et al., 2013). Ao serem irradiados por radiação X, os electrões de camadas internas dos átomos contidos em uma determinada amostra tornam-se altamente excitados a ponto de serem injectados. Para garantir uma menor instabilidade ao átomo, electrões mais externos e energéticos na electrosfera passam a ocupar os orbitais vazios e menos energéticos. Dessa transição quântica são libertados fotões que associam a si um comprimento de onda característico na faixa de raios-X. A radiação X gerada a partir da excitação de uma amostra é denominada de *secundária*, ou *fluorescente* (Costa, 2016).

Os raios-X primários produzidos foram interagindo com a amostra a um nível atómico. Ocorrem três tipos de interacções quando os raios-X primários incidem sobre a amostra: *Fluorescência*, *Dispersão de Copton* e *Dispersão de Rayleigh*. Quando o fotão de raios-X é disparado contra a amostra, uma fracção destes é transmitida através da amostra, outra fracção é absorvida produzindo radiação fluorescente e outra fracção é dispersa. A fracção de raios-X que é absorvida é responsável pela determinação dos elementos presentes numa amostra. A fluorescência e a dispersão dependem da espessura da amostra, da densidade, composição do material e energia dos raios-X primários (Brouwer, 2010).

2.11.2. Análise de espectroscopia de difracção de raios-X (XRD)

A **espectroscopia de difracção de raios-X (XRD)** permite a medição das estruturas cristalinas dentro de uma amostra para determinar a composição mineralógica do material (Coller, 2014). A

técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difractados, que constituem o feixe difractado (Gobbo, 2009). Inicialmente, o difractómetro produz um feixe de fótons a uma frequência pré-estabelecida. Quando estes fótons atingem a amostra, os átomos da amostra comportam-se como uma rede de difracção, produzindo pontos de maior intensidade em determinados ângulos. Medindo o ângulo para os quais estes pontos brilhantes se formam, pela lei de Bragg (Equação 1), é possível determinar os espaçamentos interplanares da substância, como mostra a Figura 5. Quando o padrão de difracção a 2 dimensões é recolhido, é possível ver evidentes anéis concêntricos de picos de dispersão correspondentes aos espaçamentos da rede do cristal. As posições e intensidades destes picos são usados para identificar a estrutura subentendida (fase) do material (Pais, 2017).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

Onde: n – Múltiplo inteiro do comprimento de onda

λ – Comprimento de onda dos raios-X incidentes

d – Distância interplanar

θ – Ângulo de difracção

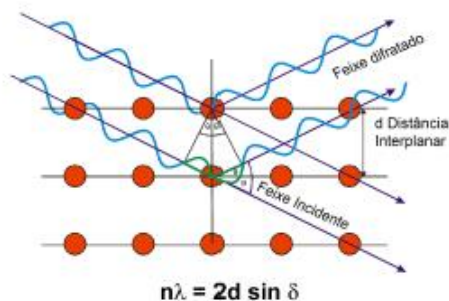


Figura 5: Esquema ilustrativo do fenômeno de difracção de raios-X (Gobbo, 2009).

Para explicar a representação de planos cristalinos, utilizam-se três índices (h , k e l) conhecidos como **índices de Miller**, que correspondem ao inverso do valor em que o plano corta os eixos convencionais. Esses índices são usados para identificar planos em uma rede cristalina e são definidos pelos recíprocos das interações do plano com os eixos cristalográficos (indica um plano paralelo ao eixo z e que intercepta os eixos x e y na metade da distância da célula unitária), reduzindo números inteiros (Silva, 2020).

2.11.3. Análise de espectroscopia de plasma indutivamente acoplado (ICP)

Os métodos indutivamente acoplados (ICP) como a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) e a espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES), são conhecidos sua exactidão, precisão e baixos limites de detecção excepcionais. O princípio desta técnica envolve a medida da radiação emitida quando átomos e iões excitados por radiação de uma plasma retornam ao estado fundamental (Douvris et al., 2023).

A ICP-MS é uma técnica analítica instrumental que se baseia na selecção de iões positivos produzidos em um plasma. Esses iões são transportados ao espectrómetro de massa sob acção de campos electromagnéticos que modificam a sua trajectória. No espectrómetro, esses iões são separados em função da razão massa/carga (Bianchi, 2011).

A ICP-OES é um método preferido para análise elementar devido à sua capacidade de medir simultaneamente vários elementos. Esta técnica utiliza plasma indutivamente acoplado para gerar átomos e iões excitados que emitem radiação electromagnética característica. O plasma é um componente essencial de qualquer instrumento ICP, portanto, é um gás ionizado contendo electrões e catiões livres em altas temperaturas e baixas pressões, alimentado geralmente por um gerador de radiofrequência (RF) de funcionamento livre. Então, o plasma de indução (ou plasma indutivamente acoplado) refere-se à utilização de um gás fluído sob condições específicas de pressão e temperatura como uma fonte de plasma. As propriedades de excitação espectral do plasma de indução atraíram consideravelmente interesse de espectroscopistas e químicos analíticos, levando a sua aplicação na análise da amostra (Douvris et al., 2023).

O ICP-OES é uma técnica projectada principalmente para analisar líquidos, embora tenha havido algum sucesso na caracterização de amostras sólidas ao acoplar a técnica a um sistema de corte (ablação) a laser (Douvris et al., 2023). Apesar dessa técnica apresentar-se como ideal, em função da sua alta sensibilidade e capacidade de medir simultaneamente vários elementos, possui algumas limitações técnicas (Bianchi, 2011):

- Limitações nas interferências espectrais que são originadas a partir de iões atómicos e moleculares que possuem a mesma razão (massa/carga) que o analito de interesse, podem

causar um aumento erróneo no sinal dos elementos e limitações na interferência causada por iões que formam dupla carga no plasma;

- Elementos muito abundantes na atmosfera ou nas amostras (C, H₂, N₂ e O₂), elementos que têm energia de excitação muito alta (halogénios), elementos sintéticos que são tipicamente radioactivos ou com curto tempo de vida, possuem limitações para a sua determinação por este método.

As razões para a rápida aceitação dessa técnica são: A sua capacidade de medir simultaneamente vários elementos, baixo limite de detecção, ampla faixa linear, elevada frequência analítica, além da eficiente geração de iões monovalentes e espectro de massa simples e de fácil interpretação (Bianchi, 2011).

2.12. Aplicações da grafite natural

Como a grafite é um mineral macio, flexível e altamente refractário e quimicamente inerte, possui amplas aplicações industriais. Aplica-se nos reactores nucleares, aeroespaciais, materiais avançados, na manufactura de baterias (alcalinas e zinco-carbono), na manufactura de baterias (ião de lítio), revestimento condutivo, revestimento de fundição, materiais de fricção, células de combustível, juntas e vedações, produção de aço e ferro (aditivo de carbono), produção de materiais na indústria de vidro, produção de refractário, escovas de carbono, catalisadores, coberturas, cadinhos, laminados, lubrificantes, lápis, plásticos e resinas (Uysal, 2013).

2.13. Exigência do teor de carbono e tendência do mercado

As principais forças derivadas do mercado da grafite natural são refractários, aços, baterias e grafite expansível. Cada aplicação da grafite, depende dos factores determinantes como pureza, forma e tamanho do floco. A granulometria e o grau de impureza determinam a variação do preço solicitado pelos clientes. Tabela 2 por baixo, mostra as suas aplicações e o teor do carbono solicitado pelo mercado da grafite natural (Jara et al., 2019).

Tabela 2: Exigências do teor do carbono e suas aplicações (Sampaio et al., 2005).

	Aplicações	Teor de C (%)
Fundição	Metalurgia de moldagem (B)	80-90
	Negro de moldagem (A)	40-70
	Sinterização	98-99
Refractários	Cadinhos, moldes, painéis de fundição	85-95
	Tijolos refractários (A)	70-80
Outros	Revestimento de freios	98 (mínimo)
	Baterias, pilhas secas	88 (mínimo)
	Baterias alcalinas	98 (mínimo)
	Escova de carvão	95-99
	Revestimento condutor (A)	50-55
	Lápis	80-82
	Grafite expandido	90 (mínimo)
	Grafite laminado	90 (mínimo)
	Lubrificantes	98-99
	Moderador de neutrões	99
* Onde: A – grafite amorfa; B – grafite em flocos.		

2.14. Determinação do teor da humidade, volatilidade e cinzas totais

A humidade é um contaminante indesejado que é capaz de penetrar em qualquer superfície dos materiais fabricados industrialmente. A desvantagem da humidade inclui condensação, corrosão e contaminação, que é capaz de danificar severamente os processos industriais, equipamentos e produtos finais. Portanto, é importante primeiro medir com precisão o teor de humidade para posteriormente controlar ou remover a humidade indesejada (Kahn, 2016). Existem muitos métodos para a determinação do teor de humidade, mas os métodos mais usados são (Vieira, 2003):

- **Método gravimétrico:** O método consiste na determinação da amostra em estufa a uma temperatura de 105°C durante o tempo de uma hora até peso constante, ou seja, até que a amostra atinja o equilíbrio. A perda de peso da amostra é que corresponde teor de humidade dessa amostra.
- **Método de titulação Karl Fischer:** Este método baseia-se na reacção quantitativa da água em uma amostra com uma solução de SO₂ e solução de I₂, na presença de uma base orgânica em metanol, que adiciona iões H⁺ formados. O processo químico para determinação do teor da humidade é que pode produzir má qualidade dos resultados quando

aquecido ou submetido a vácuo. A diferença desses dois métodos é que o método gravimétrico só é aplicável em amostra sólida que não se volatiliza ou que não se decompõe à temperatura de 105°C, enquanto o método Karl Fischer é específico apenas para água.

Material volátil em grafite é aquele produto que é emitido por um material como gás ou vapor, determinado por método prescrito definido que pode variar de acordo com a natureza do material. Os métodos que são usados em vários países para a determinação de materiais voláteis variam de acordo com a temperatura específica de aquecimentos entre 875 a 1040°C e o tempo de aquecimento entre 7 e 20 minutos. Existem três métodos para a determinação de materiais voláteis (Rees et al., 1957).

- **Método americano de cadinho de platina de 15 mL:** O aquecimento é feito em um tubo vertical ou forno de material volátil, conhecido como forno fildner.
- **Método britânico de cadinho único:** O aquecimento é feito em forno eléctrico de mufla.
- **Método franco-belga do cadinho duplo:** O aquecimento é feito em forno eléctrico de mufla.

Nem sempre o resíduo representa toda a substância orgânica presente na amostra, pois alguns resíduos podem sofrer redução ou volatilização nesse aquecimento (Zenebon et al., 2008). Portanto, as **cinzas de uma amostra da grafite** correspondem ao resíduo inorgânico remanescente depois da incineração da amostra em mufla à temperatura de 1000°C. O teor de cinzas totais da grafite é a estimativa do teor em minerais remanescentes quando ocorrem a variação da parte carbónica. A determinação de cinza total é utilizada como indicativo das propriedades funcionais de alguns produtos e minerais (Vieira, 2003).

3. Parte Experimental

3.1. Materiais

A parte experimental deste trabalho foi realizada no Laboratório do Departamento de Química da UEM. A amostra da grafite foi colhida no armazém da fábrica de grafite no distrito de Balama, província de Cabo Delgado, usando pinça de mão e conservada em envelopes de papel.

3.2. Separação mecânica

A Figura 7 apresenta a separação mecânica do tratamento de minério da grafite natural em operações unitárias:

- Com ajuda de uma pinça, tirou-se amostra bruta da grafite e em seguida, foi quebrada com martelo em pequenos pedaços, e depois transferiu-se para um almofariz;
- Em seguida, a amostra bruta foi pulverizada num almofariz;
- Transferiu-se a amostra moída para um separador eléctrico para a classificação granulométrica (325, 230, 170, 100, 60, 40, 30 mesh).



Figura 6: Imagens da separação mecânica da grafite natural: A – minério da grafite; B – moagem; C – separação granulométrica.

O primeiro processo de operação mecânica é o mais importante porque tem a função de libertar flocos da grafite do minério para melhorar a eficiência do enriquecimento (tratamento) subsequente.

3.3. Processo de purificação da grafite natural

O tratamento de minérios consistiu basicamente numa série de processos que têm em vista a separação das partículas minerais valiosas dos minerais de ganga e a obtenção final de um produto concentrado, com um teor elevado e adequado do mineral desejado. Essa separação é baseada nas variações relativas de algumas propriedades físicas ou químicas apresentadas pelas partículas minerais e normalmente, é obtida pela passagem de um fluxo ou de uma quantidade de partículas através de um equipamento separador. Assim, devido às diferentes propriedades apresentadas (propriedade de química de superfície, tamanho, forma, peso específico ou densidade, susceptibilidade magnética, condutividade térmica, radioactividade, cor entre outros) as partículas são afectadas de forma e intensidade diferentes, resultando na separação desejada (Santana, 2007). Os métodos de processamento da grafite variam de acordo com a morfologia das partículas, o seu grau de libertação e o teor de carbono contido no minério (Ribeiro, 2016). A Figura 8 mostra de forma simplificada processo da obtenção da grafite por meio de flotação.

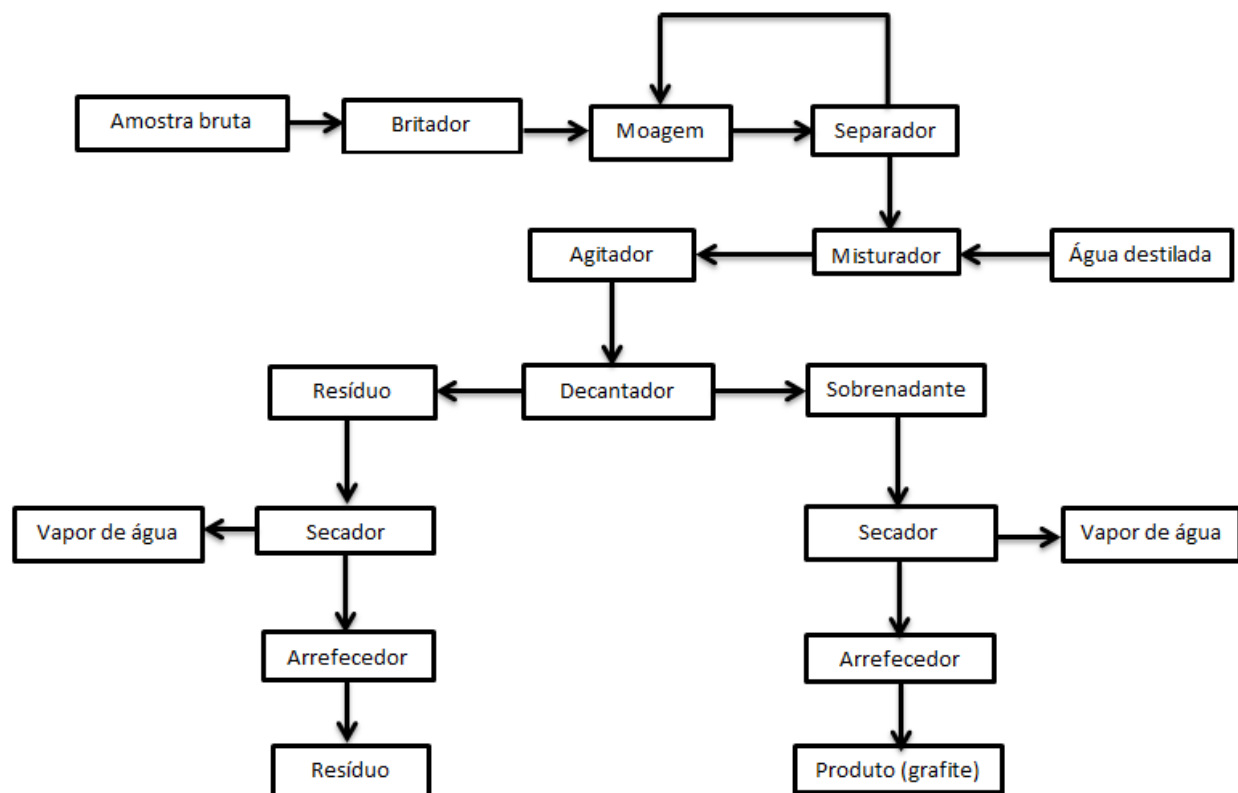


Figura 7: Fluxograma geral do processamento da grafite natural.

- ❖ Com ajuda duma balança analítica, tomou-se cerca de 2.5 g da amostra bruta da grafite e transferiu-se para copo e depois adicionou-se 250 mL de água destilada;
- ❖ Em seguida, agitou-se a amostra numa placa magnética, durante uma hora à temperatura ambiente a uma velocidade de 4000 rpm, para provocar dispersão das partículas da grafite e que flutuem na superfície da solução;
- ❖ Deixou-se a suspensão em repouso durante 24 horas e em seguida decantou-se a solução sobrenadante para um copo;
- ❖ A solução sobrenadante decantada foi colocada numa estufa a 75 °C para eliminar a água;
- ❖ E em seguida, o sólido obtido foi transferido para cadinhos de porcelana e calcinou-se a 350 °C numa mufla, para eliminar a humidade da água absorvida;
- ❖ Após a calcinação os cadinhos foram colocados num exsicador para arrefecimento;
- ❖ O sólido arrefecido foi pesado e tratado como grafite purificada;
- ❖ O resíduo sólido remanescente da decantação foi seco na estufa e calcinado, nas mesmas condições do sobrenadante e considerado como resíduo do processo;
- ❖ Os sólidos obtidos foram pesados e as massas usadas para o cálculo do rendimento de acordo com a fórmula 2:

$$\textbf{Rendimento} = \frac{m_{prod}}{m_{amost\ brut}} \times 100\% \quad (2)$$

onde: m_{prod} – Massa do produto final

$m_{amost\ brut}$ – Massa da amostra bruta

- ❖ Os dois sólidos, grafite purificada e resíduo, foram depois sujeitos a ensaios de caracterização por XRD, XRF e ICP-OES.

3.4. Optimização do processo de purificação

A optimização do processo de purificação incidiu sobre 5 parâmetros: tempo de agitação, rácio sólido:líquido, tamanho das partículas, velocidade de agitação e tempo de repouso para a decantação.

3.4.1. Otimização do tempo de agitação

Para a otimização do tempo de agitação, tomou-se cerca de 2.5 g da amostra bruta da grafite de tamanho menor que 88 μm (abertura de 170 mesh) e usou-se 250 mL de água destilada. O tempo de agitação foi de 30, 60, 120, 180, 240, 300 e 360 minutos, à temperatura ambiente e uma velocidade de 4000 rpm. Depois da agitação deixou-se a suspensão em repouso por 48 horas.

3.4.2. Otimização do rácio sólido:líquido

Para a otimização do rácio sólido:líquido (S:L) foram tomados 2.5 g da amostra bruta da grafite de tamanho menor que 88 μm (abertura de 170 mesh) e depois adicionou-se volumes de água destilada que variaram de 125, 250, 500 e 750 mL, correspondendo aos rácios S:L de 0.02, 0.01 e 0.005 g/mL, respectivamente. O tempo de agitação usado foi de 180 minutos, à temperatura ambiente, à velocidade de 4000 rpm e tempo em repouso da suspensão de 48 horas.

3.4.3. Otimização da velocidade de agitação

Quatro velocidades de agitação foram consideradas, 2000, 3000 4000 e 5000 rpm. Tomou-se 2.5 g da amostra bruta da grafite de tamanho menor que 88 μm (abertura de 170 mesh), agitou-se em 250 mL de água destilada por 180 minutos, à temperatura ambiente e tempo de repouso de 48 horas.

3.4.4. Otimização do tempo de repouso para a decantação

Para a otimização do tempo de repouso tomou-se cerca de 2.5 g da amostra bruta da grafite de tamanho menor que 88 μm (abertura de 170 mesh) e agitou-se em 250 mL de água destilada, por 180 minutos, à temperatura ambiente, velocidade de 4000 rpm. O tempo de repouso da suspensão foi variado de 24, 48, 72 e 96 horas.

3.4.5. Otimização do tamanho das partículas

A determinação do tamanho ótimo foi feita usando partículas captadas em peneiros com aberturas de 30, 40, 60, 100, 170, 230 e 325 mesh (tamanhos menores que 595, 420, 250, 149, 88, 63 e 44 μm). Tomou-se 2.5 g da amostra bruta da grafite de cada um dos tamanhos e agitou-se em 250 mL de água destilada, por 180 minutos, à temperatura ambiente, à velocidade de 4000 rpm e deixou-se a suspensão em repouso durante 48 horas.

3.5. Caracterização das amostras

3.5.1. Difração de raios-X

As análises da estrutura cristalográfica da amostra da grafite foram obtidas por meio da técnica de XRD, utilizando um difractômetro “Olympus” BTX-525 como mostra a Figura 8 e a determinação foi feito no Laboratório do Departamento da Geologia da UEM. A área de contagem foi de 0 a 55° na escala 2 θ , usando a radiação de trabalho de Cu-K α (1.542 Å).

- Com ajuda de uma espátula, tomou-se uma quantidade da grafite e em seguida, introduziu-se no suporte da amostra e posicionou-se no difractômetro.
- Com ajuda de um “laptop”, programou-se o sistema para leituras das análises e em seguida ligou-se o aparelho e através da interação de raios-X com a amostra produziu-se os resultados.



Figura 8: Analisador de raios-X de difração.

3.5.2. Espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF)

A análise de espectroscopia de fluorescência de raio-X (XRF) para amostra da grafite foi realizada no Laboratório do Departamento de Química da UEM, utilizando um aparelho de marca “Shimadzu” EDX-7000, operando com um colimador de ar de 10 mm.

- Com ajuda duma espátula, introduziu-se amostra seca da grafite em pó numa porta amostra e em seguida tapou-se com um plástico transparente;
- Encachou-se a porta amostra no orifício de manipulador da radiação X do espectrómetro de fluorescência de raio-X e em seguida se fez a aquisição do aparelho para permitir a sua leitura;
- Programou-se o computador e em seguida obteve-se os resultados lidas num computador.

3.5.3. Espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES)

As concentrações de Ag, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Tl, V, U e Zn foram analisadas utilizando um espectrómetro de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP-OES, modelo ICPE-9820 Series, Shimadzu, Kyoto, Japão). Este método permitiu a determinação precisa das concentrações dos metais pesados lixiviados, fornecendo dados essenciais na água residual. As condições de análise foram as seguintes:

- | | |
|-------------------------------------|--|
| ⇒ Potência do plasma: 1.20 Kw | ⇒ Fluxo de gás de plasma: 10.00 L/min |
| ⇒ Fluxo de gás auxiliar: 0.60 L/min | ⇒ Fluxo de gás de transporte: 0.70 L/min |

3.6. Determinação da qualidade da grafite purificada

A qualidade da grafite produzida neste trabalho foi testada usando a metodologia da indústria de processamento da grafite. Assim foram feitos ensaios de humidade, volatilidade e determinação do teor de cinzas totais.

3.6.1. Determinação da humidade

- Ligou-se a estufa e programou-se para a temperatura da secagem da amostra (105°C);
- Em seguida, colocou-se os cadinhos de porcelana na estufa, a 105 °C, por 30 minutos;

- Depois removeu-se os cadinhos da estufa e arrefeceu-se em exsicador até à temperatura ambiente;
- Pesou-se os cadinhos de porcelana, com a precisão;
- Repetiu-se a operação do aquecimento dos cadinhos até que se obteve o peso constante do cadinho (W_1);
- Transferiu-se para o cadinho com peso constante cerca de 0.5g da amostra e em seguida, pesou-se o cadinho com amostra (W_2);
- Colocou-se o cadinho contendo amostra na estufa, mantida a 105°C, durante uma hora;
- Deixou-se arrefecer durante 20 minutos no exsicador e depois pesou-se (W_3).

A amostra seca foi conservada para a determinação de volatilidade. O processo foi realizado em 3 réplicas e calculou-se a percentagem da humidade na grafite usando a Equação 3;

$$\%humidade = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100\% \quad (3)$$

onde: W_1 – peso do cadinho vazio; W_2 – peso do cadinho com amostra antes da secagem; W_3 – peso do cadinho mais amostra depois da secagem.

3.6.2. Determinação da volatilidade

- Ligou-se a mufla e programou-se para a temperatura de 875°C;
- Em seguida, introduziu-se o cadinho com amostra seco e pesado (W_3) na mufla (que foi conservado na experiência anterior da determinação da humidade) e depois, deixou-se aquecer durante 7 minutos a 875°C;
- Em seguida, deixou-se arrefecer durante 20 minutos até à temperatura ambiente no exsicador;
- Pesou-se (W_4), e o processo foi realizado em 3 réplicas.

Conservou-se a amostra volatilizada para determinação de cinzas totais. A volatilidade foi determinada através das Equações 4 e 5:

$$Rendimento = \frac{m_{amostra\ final}}{m_{amostra\ inicial}} \times 100\% \quad (4)$$

$$m_{amostra} = W_{cad\ com\ amostra} - W_{cad\ vazio} \quad (5)$$

onde: W_1 – peso do cadinho vazio; W_3 – peso do cadinho mais amostra antes da secagem; W_4 – peso do cadinho mais amostra depois da secagem; $m_{amostra}$ – massa da amostra inicial ou final.

Para os cálculos estatísticos dos resultados obtidos na experiência, valores da média ($\bar{X}$), desvio padrão e desvio padrão relativa (RSD), usou-se as equações 7, 8 e 9 apresentada acima na determinação de humidade.

3.6.3. Determinação do teor de cinzas totais

Para esta determinação recorreu-se método de Mohr que é o procedimento mais utilizado na determinação de cinza. Neste método empregou-se a mufla, operando a 1000°C durante 3 horas, para provocar a destruição total da matéria carbónica presente na amostra da grafite até à obtenção de cinzas brancas.

Processo para determinação do teor de cinzas totais

- Programou-se a mufla para a temperatura desejada (1000°C);
- Em seguida, introduziu-se o cadinho com amostra seca (W_4) na mufla, para o processo de incineração, a uma temperatura de 1000°C durante 3 horas até que se obteve cinzas brancas;
- Em seguida, tirou-se o cadinho com cinza e deixou-se arrefecer no exsiccador até à temperatura ambiente;
- Depois pesou-se o cadinho com as cinzas e registou-se o peso (W_5).

O processo foi realizado em 3 réplicas e calculou-se a percentagem das cinzas usando a Equação 6;

$$\%Cinzas\ Totais = \frac{W_5 - W_1}{W_4 - W_1} \times 100\% \quad (6)$$

onde: W_1 – peso do cadinho vazio; W_4 – peso do cadinho mais amostra antes da secagem; W_5 – Peso do cadinho mais amostra depois da incineração (cadinho + cinzas).

Para os cálculos estatísticos dos resultados obtidos na experiência, valores da média, desvio padrão, desvio padrão relativo (RSD) e valores do erro, usou-se as equações apresentadas na determinação de humidade.

3.7. Critérios de validação de resultados

Para o cálculo estatístico dos resultados da média ($\bar{X}$), desvio padrão e desvio padrão relativo (RSD), usou-se as equações 7, 8 e 9:

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n} \quad (7)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (8)$$

$$\text{RSD} = \frac{s}{\bar{X}} * 100 \quad (9)$$

Cálculo de erro absoluto (E) e erro relativo (E_r)

$$E = |\bar{X} - \mu| \quad (10)$$

$$E_r = \frac{|\bar{X} - \mu|}{\mu} * 100\% \quad (11)$$

onde: $\bar{X}$ – Média; S – Desvio padrão; RSD – Desvio padrão relativo; E – Erro absoluto; E_r – Erro relativo; μ – Valor verdadeiro.

3.8. Avaliação dos dados não normais (dados anómalos)

Quando efectuamos uma série de medições, muitas vezes há resultados que parecem ser bem diferentes dos restantes. Existe a tendência de rejeitar esses valores anómalos (“outlier”) antes de calcular a média e desvio padrão, ou antes de aplicar o teste estatístico adequado (Kahn, 2016). Valores discrepantes exercem influência sobre a média e, principalmente, sobre o desvio padrão de um conjunto de dados. As causas mais comuns para o surgimento de “outliers”, especialmente de valores extremos (aqueles que são muito diferentes do conjunto de dados), são a falha humana (erro de observação ou de arredondamento) ou outra anomalia no processo analítico, como falha instrumental ou ainda, falha na aplicação do próprio teste estatístico. Os testes de “outliers” têm um intuito de identificar valores discrepantes e distingui-los da variação aleatória, corrigi-los ou removê-los do conjunto de dados (Granato et al., 2018).

Existem vários testes estatísticos para verificar se um ou mais valores, dentro de um conjunto de dados experimentais, podem ser considerados dispersos. Os mais comuns são **Escore-z**, teste de

Chauvenet, teste de **Dixon** e o teste de **Grubbs** para além da utilização da *box plot* (Granato et al., 2018).

Durante a realização deste trabalho, foram obtidos alguns resultados com valores suspeitos. Para eliminar esses valores, recorreu-se ao teste **Q** de Dixon e **G** de Grubbs. Para rejeitar os dados usou-se as Equações 12 e 13, dos testes Q – Dixon e G – Grubbs à 95% do nível confiança. Os cálculos dos valores anómalos são apresentados nas tabelas dos Anexos, apresentado-se em cores vermelhas e verdes.

$Q_{(tabelado)} = 0.970$ com o nível de confiança de 95%

$$Q_{exp} = \frac{|\text{valor suspeito} - \text{valor próximo}|}{\text{maior valor} - \text{menor valor}} \quad (12)$$

$Q_{exp(calculado)} > Q_{crítico (tabelado)} \Rightarrow \text{valor suspeito deve ser rejeitado}$

$G_{(tabelado)} = 1.153$ com nível de confiança de 95%

$$G_{exp} = \frac{|X_i - \bar{X}|}{S} \quad (13)$$

onde: X_i é valor suspeito; $\bar{X}$ o valor médio e S o desvio padrão.

4. Resultados e Discussão

4.1. Composição do minério da grafite

A amostra do minério da grafite foi caracterizada usando as técnicas de XRD e XRF. A Figura 10 mostra o resultado da caracterização por XRD e a Tabela 3 mostra a composição elementar do minério da grafite.

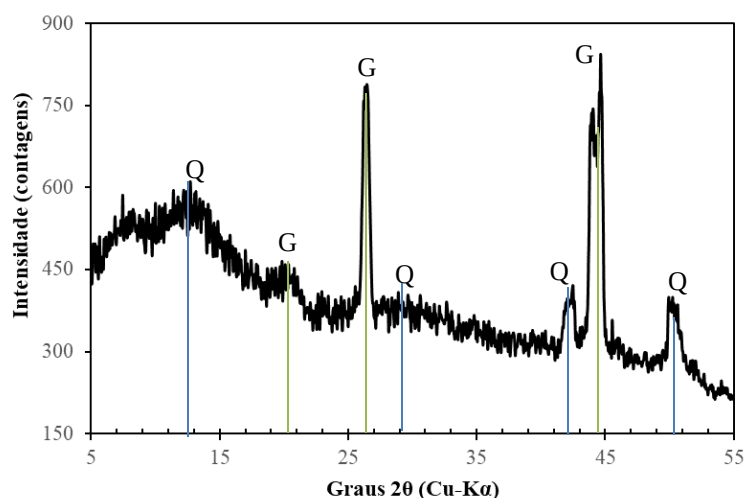


Figura 9: Difractograma do minério da grafite, usando a linha Cu-K α . Legenda: Q – quartzo; G - grafite. Os resultados mostram a presença de quartzo (Q) e da grafite no minério. Uma forte componente de material amorfo também está presente, como se pode ver da bossa apresentada entre 5 e 25 na escala 2 θ do difractograma.

Tabela 3: Composição elementar do minério da grafite obtida por XRF.

Elemento	Si	Al	Fe	K	S	Ca	Zn	Ti	V	Ni	Cu
Concentração (%)	50.36	19.01	9.54	6.92	6.09	4.15	1.86	0.77	0.55	0.18	0.13
Elemento	Cr	Sr	Mn	Zr	Mo	P	Cd	Y	Ir	Se	Pb
Concentração (%)	0.09	0.07	0.07	0.06	0.04	0.04	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01

Os resultados de XRF indicam a presença de concentrações elevadas de Si, Al, Fe, K, S, Ca e Zn, mostrando a necessidade de um tratamento preliminar para reduzir a sua concentração, para libertar a grafite. Estes resultados estão em consonância com os obtidos na caracterização por XRD, onde o quartzo foi detectado como um dos principais contaminantes (Figura 9).

4.2. Purificação da grafite

A extracção da grafite do minério foi feita por flotação usando água como meio de dispersão. Este processo é afectado, entre outros, pelo tempo de agitação, rácio sólido:líquido, tamanho das partículas, velocidade de agitação e tempo de repouso para a decantação.

4.2.1. Efeito do tempo de agitação e do rácio sólido:líquido (S:L)

O processo de agitação promove a desagregação das partículas pela barra magnética e ocorre a formação das bolhas de ar. Estas bolhas aderem às partículas e permitem que estas alcancem a superfície através do arraste com essas bolhas. O efeito do tempo de agitação foi verificado entre 60 e 360 minutos e os resultados são apresentados na Figura 10. Os resultados mostram que o rendimento atinge o seu máximo a partir do tempo 180 min, sendo que no intervalo >180 a 360 a subida não foi significativa, ou seja deste ponto atinge-se um *plateau*. Portanto, o tempo de agitação de 180 minutos foi definido como óptimo e para os ensaios subsequentes este foi assumido como o tempo de agitação.

O rácio S:L (massa:volume) foi analisado no intervalo 0.02, 0.01 e 0.005 g/mL e os resultados são apresentados na Figura 11. Os resultados mostram que a floculação usando 250 mL de água produz o maior rendimento no intervalo considerado. Com o rácio S:L de 0.01 g/mL e um tempo de agitação de 180 minutos foi atingido um rendimento de 8%. A utilização de volumes superiores não melhorou o rendimento, isso se deve a dificuldades da colisão entre partículas com barra magnética, por causa do aumento do volume da solução. Rácios inferiores produziram rendimentos abaixo do obtido com 250 mL, isto pode ser resultado da aglomeração das partículas dada a sua proximidade. Os dados dos ensaios são apresentados nas Tabelas I e II do Anexo A.

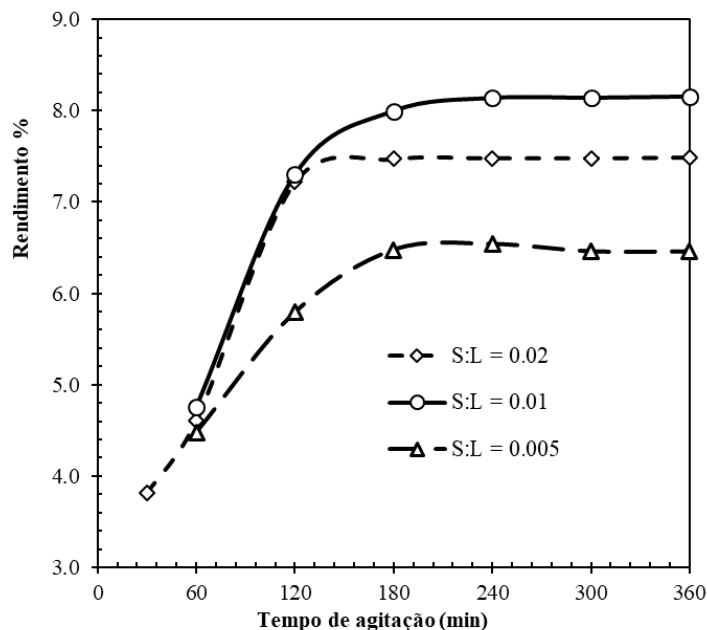


Figura 10: Efeito do tempo de agitação e do rácio sólido:líquido (S:L) no rendimento do processo de recuperação da grafite do minério.

4.2.2. Efeito do tempo de repouso

Como a grafite apresenta uma densidade baixa, ela vai apresentar a tendência de flutuar na água. Contudo, a presença de minerais associados com gravidade maior faz com que ela seja arrastada para o fundo da solução. As imagens da Figura 12 mostram diferentes tempos de repouso durante a realização da experiência. As imagens A e B, da Figura 12, foram obtidas após 24 e 48 h de repouso, respectivamente. As imagens sugerem que o tempo de repouso de 24 h não permite uma boa separação das partículas da grafite e consequente formação da espuma, em comparação com o repouso de 48 h (imagem B) o qual apresentou grandes melhorias.



Figura 11: Imagens da experiência deixado durante o tempo da separação das partículas; A – 24 h de repouso; B – 48 h de repouso.

A Figura 13 mostra o efeito do tempo de repouso no rendimento da extração da grafite e os resultados obtidos durante a experiência, estão apresentados nas Tabelas III e IV no Anexo B. Como a grafite é um mineral naturalmente hidrofóbico, o concentrado da grafite aumenta com o tempo de repouso. No início, a solução apresenta-se com uma turvação muito forte, à medida que o tempo de repouso aumentou, ocorreu a separação das partículas na suspensão, sobrenadante-água-resíduo. Os resultados mostram que o período de repouso de 24 horas não permite uma separação efectiva, grande parte da grafite permanece na suspensão, como também mostram as imagens da Figura 12 (a suspensão mostra elevados índices de turbidez). Após 48 horas de repouso obtém-se um rendimento de 9.6% e a solução fica completamente límpida (imagem B da Figura 12). Durante este período, a solução ainda apresenta uma turvação, isto é, existe ainda uma parte das partículas em suspensão. Aumentando o tempo de repouso para além das 48 horas não produziu mudanças significativas no rendimento.

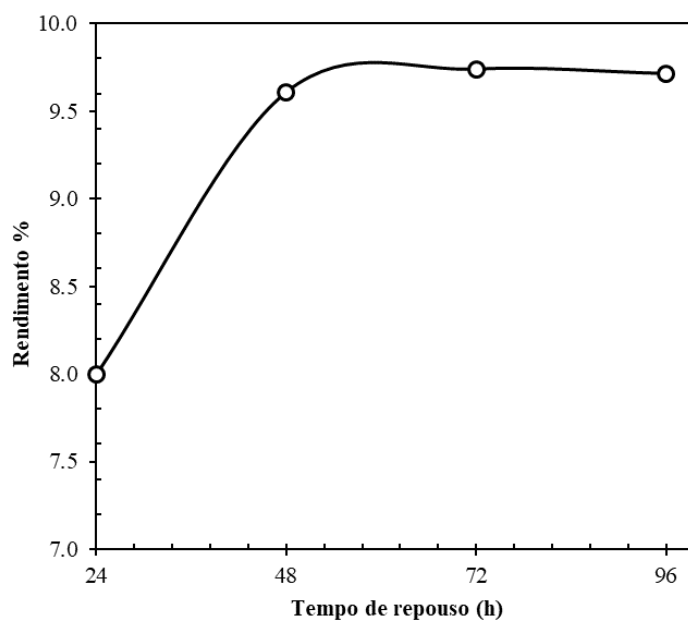


Figura 12: Efeito do tempo de repouso em função do rendimento.

4.2.3. Efeito da velocidade de agitação

A Figura 14 mostra o efeito da velocidade de agitação na extração da grafite. Os resultados mostram que um máximo no rendimento foi atingido quando aplicada a velocidade de 4000 rpm. Quando a velocidade de agitação é baixa, uma parte do concentrado recuperável continua

associado aos minerais da ganga e conseqüentemente ganha peso e precipita com o resíduo. Todavia, quanto maior for a velocidade, maior será a perda dos cristais por espalhamento da solução e quanto menor for a velocidade, os cristais acabam por se precipitar no fundo da solução por se associar com minerais da ganga. As Tabelas V e VI do Anexo C apresentam os dados da experiência.

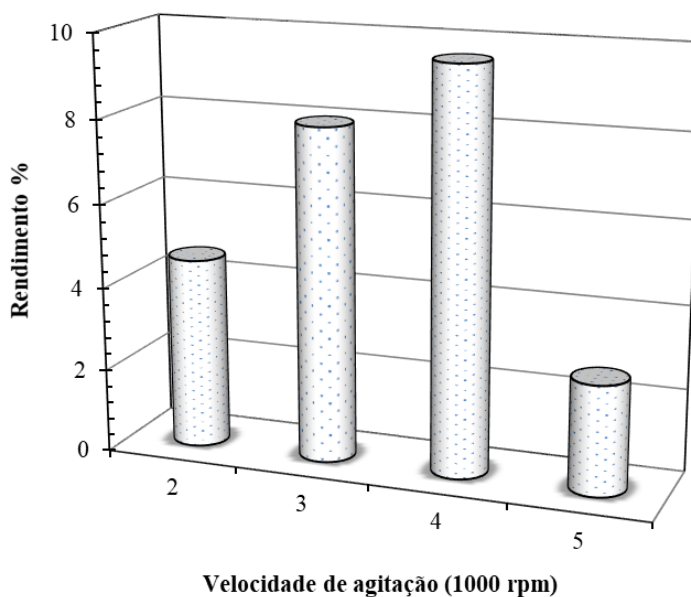


Figura 13: Efeito da velocidade de agitação em função do rendimento da extracção da grafite.

4.2.4. Efeito do tamanho das partículas

Para responder adequadamente à flotação deve-se considerar o parâmetro do tamanho máximo fluotável do mineral e o grau de libertação mais adequado do mineral. O processo de flotação de partículas finas é muito importante para este método. Para este ensaio foram considerada 7 intervalos do tamanho das partículas: <595 μm , <420 μm , <250 μm , <149 μm , <88 μm , <63 μm e <44 μm .

A Figura 15 mostra o efeito de tamanho das partículas no rendimento na extracção da grafite. O resultado mostra que partículas maiores são propensas a sedimentar devido ao seu peso. Um outro aspecto a considerar a possibilidade de oclusão de partículas da ganga nas partículas maiores de grafite. A redução do tamanho permite libertar a ganga, permitindo que maior quantidade de partículas da grafite possa ser suspensa, devido à sua baixa densidade. Na abertura do crivo 170

mesh (88 μm) atinge-se o limite, depois deste tamanho o rendimento do processo de flotação decrece. A queda no rendimento pode estar associada a um fenómeno denominado "*slime coating*" ou revestimento de lama (em português). As partículas da grafite são revestidas de lama que resulta da redução extrema do tamanho das partículas da ganga, resultando na sua sedimentação (Yu *et al.*, 2017). Este fenómeno se intensifica com posteriores diminuições de tamanho. As Tabelas VII e VIII do Anexo D apresentam os dados experimentais.

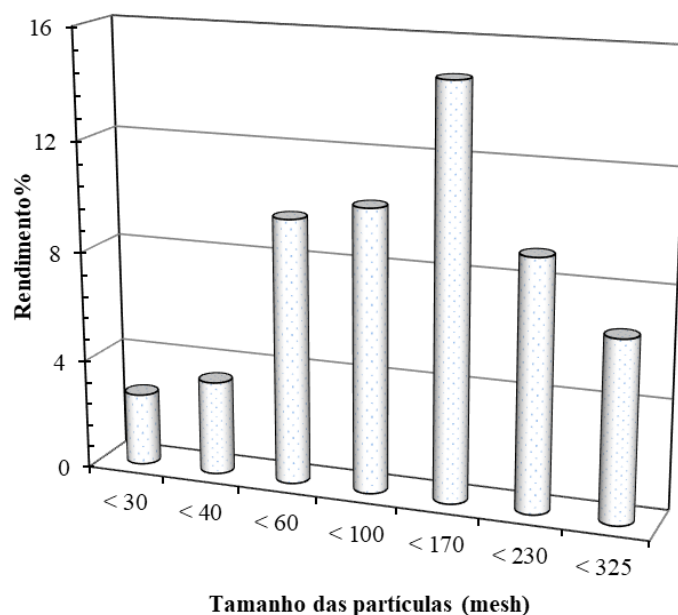


Figura 14: Efeito do tamanho das partículas no rendimento da grafite.

4.3. Caracterização da grafite obtida

4.3.1. Composição mineralógica da grafite produzida

A caracterização mineralógica foi feita por XRD. A Figura 16 apresenta os difractogramas obtidos com diferentes tamanhos das partículas (88 e 63 μm e padrão, 149 μm). Comparando os difractogramas, nota-se que todos exibem uma distribuição de picos intensos centrada em aproximadamente $2\theta \approx 26.5^\circ$, referente ao plano de difracção (002) da grafite. Ainda se observam pequenos picos nos planos de difracção aproximadamente em $2\theta \approx 20.8^\circ$ e 50.4° , referentes aos planos de difracção (001) e (112), respectivamente. Esses picos aparecem devido à existência de pequenas quantidades das fases (cristalina e amorfa), e esfoliação incompleta da grafite.

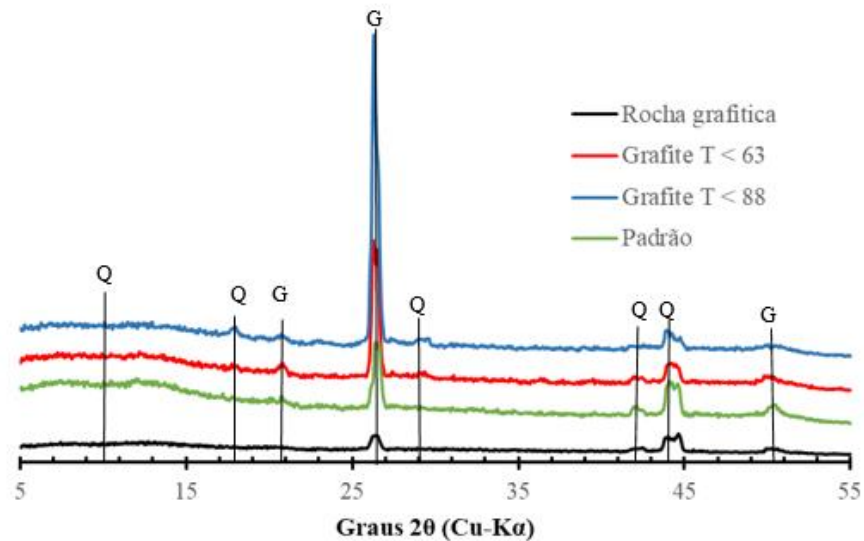


Figura 15: Difractogramas obtidos da rocha gráfitica (grafite bruta), do padrão e das duas fracções granulométricas comparadas (T < 63 e T < 88). Legenda: Q – quartzo; G - grafite

A análise dos difractogramas dos resíduos, comparados com o padrão e com a rocha gráfitica mostra a redução da intensidade dos picos devidos à grafite, indicando a redução do seu teor nesta fase (Figura 17). Nota-se também nos difractogramas dos resíduos o aumento de uma corcova devida ao material amorfo, sugerindo a concentração de fases de sílica.

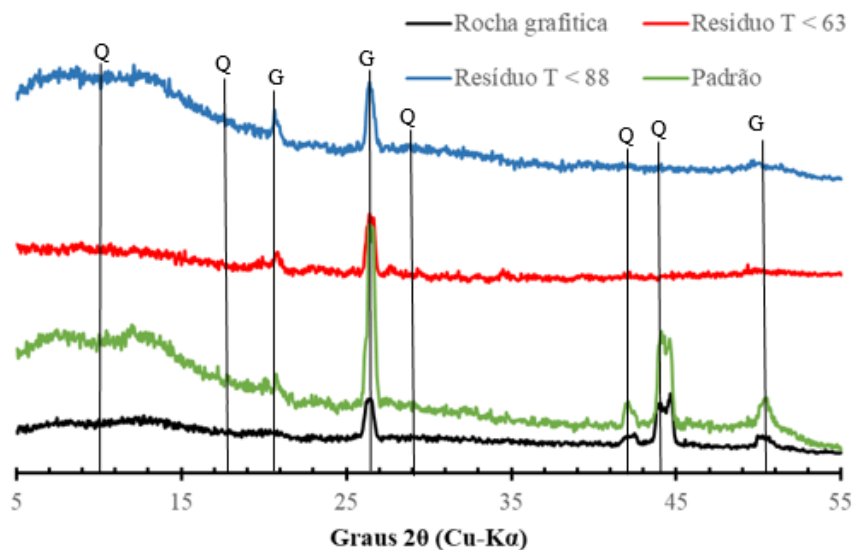


Figura 16: Difractogramas obtidos da rocha gráfitica (matéria prima), padrão e resíduos (T < 63 e T < 88). Legenda: Q – quartzo; G - grafite

As Tabelas IX e X no Anexo E apresentam os dados das análises. Os resultados da análise quantitativa apresentados na Figura 18 mostram um comportamento idêntico nas amostras de T <88 e T <63 μm , os quais mostram um aumento significativo do teor da grafite em comparação com a grafite processada na fábrica (padrão). Comparando também os teores do quartzo (Si) de T <88 e T <63 μm , mostra um pico intenso no tamanho T<230 μm isso indica que o processo arrastou consigo muita quantidade da impureza de quartzo no momento da flotação.

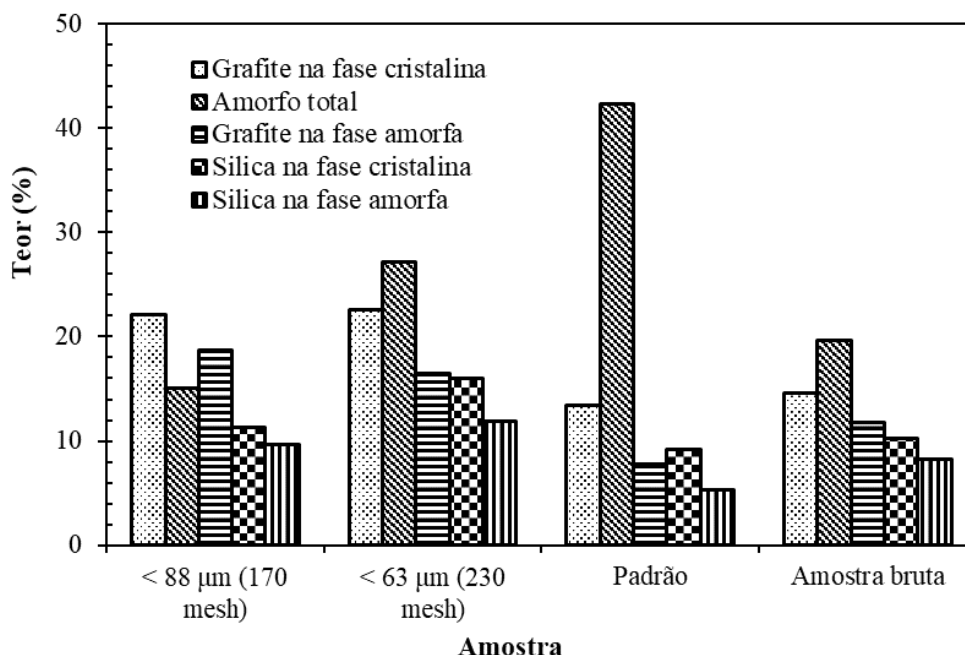


Figura 17: Análise quantitativa dos componentes cristalinos e materiais amorfos.

Os gráficos da Figura 18 a cima, mostram uma variação crescente dos resultados de materiais amorfos, com um pico muito intenso na grafite da indústria (padrão) isso pode resultar dos processos usados na purificação do mineral. Comparando os gráficos do XRD com graficos do XRF, nos mostram uma similaridade em termo dos resultados obtidos, apesar do XRF não mostrar o teor do carbono. Comparando o material do Si no tamanho muito fino T<63 μm , observa-se elevado material indesejado, isto significa que houve o araste de partículas de ganga no momento do processo da purificação.

4.3.2. Composição elementar da grafite

A geologia do depósito do minério de Balama é dominada por minerais metamórficos com mineral de argila, anfibólio e conteúdo de granada dentro de uma matriz de silicato e enriquecida em metais de diversos elementos (Coller, 2014). A composição elementar foi obtida pelo XRF. Os resultados mostraram que os elementos predominantes naquela zona da mina são: Si, Al, Rh, Ar, K, Ti, V, Ca, Cr, Fe, Cu, Zr, Mo, S, Cs, I, Sr, Y, Ba, La, Nd, Zn, Br, Rb, Mn, Sn, Ce, Pr, Ni, Se, P, Cd, Pb, Th, Ir, Tl, Se e U.

A Figura 19 mostra um comportamento decrescente no teor dos elementos indesejados fixos na grafite, isto mostra que há aumento significativo do teor da grafite. O silício mostra um teor elevado no $T < 63 \mu\text{m}$ em relação a $T < 88 \mu\text{m}$ isto significa que a separação de minerais de argila e silte é difícil no tamanho muito fino ($T < 63 \mu\text{m}$) do minério. Esta tendência é observada também nos elementos da ganga. Este aspecto já havia sido observado nos ensaios de otimização do processo de extracção da grafite. Comparando o resultado obtido com o minério do tamanho $T < 88 \mu\text{m}$ com o padrão (amostra de grafite produzida pela fábrica), mostra uma aproximação nos teores dos elementos.

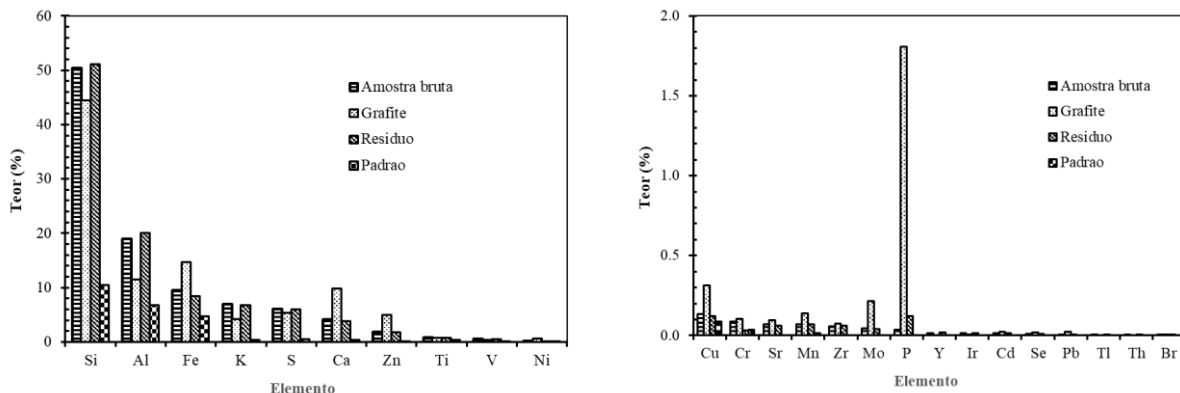


Figura 19: Composição elementar, por XRF, das amostras de grafite obtidas no presente trabalho usando amostras com tamanhos menores de 63 e 88 μm e uma amostra de grafite pura da fábrica (padrão).

A água residual obtida depois do processo de purificação, foi analisada no ICPE-9820. Nesta análise, determinou-se a composição dos seguintes metais: Ag, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Tl, V, U e Zn. Então, esses elementos identificados no ICP complementam os resultados obtidos no XRF. Não foi detectado Si, logo mostra que a solução foi completamente separada e então, houve a precipitação total do SiO_2 . Neste contexto, mostra que

houve redução de minerais de ganga associados nos cristais sobrenadantes, logo, nota-se que há aumento significativo no teor do produto de interesse (grafite).

4.4. Avaliação da qualidade da grafite produzida

Para a avaliação da qualidade da grafite produzida pelo método aqui otimizado, a grafite bruta foi processada nas seguintes condições, determinadas como ótimas:

Rácio sólido:líquido:	0.01 g/mL
Tempo de agitação:	180 minutos
Velocidade de agitação:	4000 rpm ¹
Tamanho de partículas:	88 µm
Tempo de repouso:	48 horas

A grafite purificada produzida nestas condições foi submetida a testes de avaliação da sua qualidade que consistiram na determinação da humidade, da volatilidade e de cinzas totais, testes exigidos para a certificação da qualidade na indústria. Os resultados são apresentados na Tabela 4.

Os resultados da Tabela 5 mostram que o teor de humidade, próximo do valor obtido para a amostra padrão, a amostra extraída na fábrica pelo método convencional de flotação com recurso a reagentes químicos (agentes de flotação). A quantidade de materiais voláteis mostra-se superior que a determinada na amostra padrão, enquanto que o teor de cinzas é inferior ao do valor do padrão. Um critério que pode ser usado para a avaliação da grafite obtida é, de acordo com Xie *et al.* (2016), a determinação da quantidade de carbono fixo, que corresponde à subtracção da percentagem de materiais voláteis e das cinzas totais da amostra, de acordo com a fórmula 14:

$$\text{Carbono fixo (\%)} = 100 - [\text{Cinzas totais (\%)} - \text{Materiais voláteis (\%)}] \quad (14)$$

Tabela 4: Resultados da avaliação da qualidade da grafite purificada nas condições optimizadas.

Crivo (mesh)	Humidade (%)	Volatilidade (%)	Cinzas totais (%)	Carbono fixo (%)
< 230	3.194	7.281	4.072	88.647
< 170	3.181	7.242	3.902	88.856
Padrão	3.230	3.230	5.989	90.781

¹ Rotações por minuto

Usando o critério do carbono fixo os valores obtidos mostram que a grafite obtida por este método apresenta um teor de carbono ligeiramente inferior ($\approx 2\%$) comparativamente ao padrão. Este resultado sugere que alguns minerais da ganga não foram efectivamente removidos, o que elevou o teor de cinzas. Esta constatação é reforçada pelos resultados de XRF que mostraram teores elevados de alguns metais, como Si, Fe, Ca, Al, V, entre outros (Figura 20), na grafite purificada. Os resultados das análises por ICP da solução de extracção da grafite mostram concentrações baixas de metais quando comparados com os resultados de XRF da amostra bruta (Figura 20).

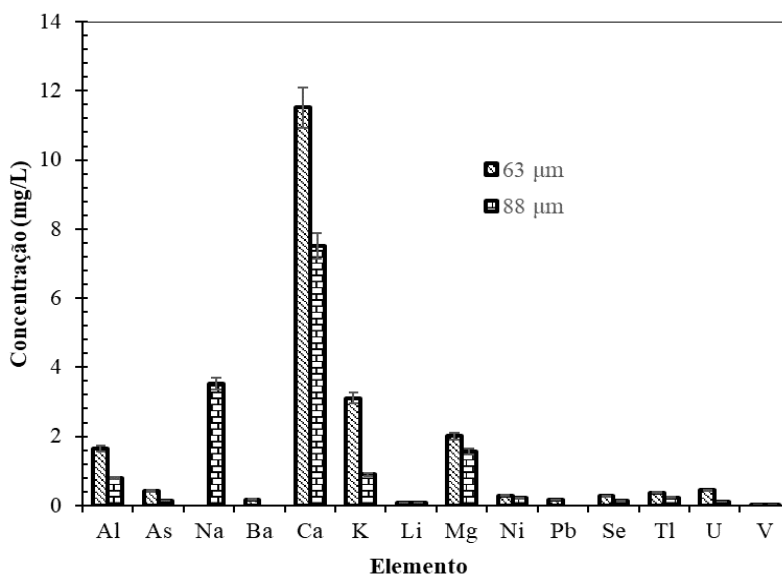


Figura 20: Teor de metais lixiviados durante a flotação para a extracção da grafite do minério.

5. Conclusão

O presente trabalho tinha como objectivo purificar o minério da grafite por suspensão em água destilada, sem utilização de agentes químicos auxiliares, usando o método desenvolvido por Kumara (2021). O processo consistiu em suspender o minério em água, agitar, deixar a suspensão em repouso e depois decantar para recolher a grafite (pura) no sobrenadante.

O minério da grafite mostrou ser composto essencialmente por grafite e quartzo (XRD), com uma quantidade considerável de material amorfo. Os resultados de XRF mostraram teores elevados de Si, Al, Fe, K, S e Zn, para além de outros elementos em quantidades menores e traço.

No processamento do minério foram estudados o tempo de agitação, o rácio sólido:líquido, a velocidade de agitação, o tamanho das partículas e o tempo de repouso da suspensão. Os Parâmetros óptimos foram os seguintes:

		Intervalo considerado
Rácio sólido:líquido:	0.01 g/mL	0.02 – 0.005 g/mL
Tempo de agitação:	180 minutos	30 – 360 min
Velocidade de agitação:	4000 rpm ²	2000 – 5000 rpm
Tamanho de partículas:	88 µm	< 30 – < 325 mesh
Tempo de repouso:	48 horas	24 – 96 horas

A grafite purificada nestas condições (óptimas) apresentou um teor de carbono fixo entre 88.65% (< 230 mesh) à 88.86% (< 170 mesh). A caracterização da amostra de grafite produzida mostra a predominância da fase da grafite, com quartzo ainda presente, embora em quantidades reduzidas. Os resultados da análise elementar por XRF confirmam a existência de quantidades ainda elevadas de Si, embora inferiores ao material de partida, presença ainda de Al, Fe, K, S, Ca e Zn, no geral em quantidades menores que no minério, excepto os casos de Fe, Ca e Zn que foram maiores. Os resultados da análise da água residual da suspensão parecem sustentar os resultados de XRF, os elementos como Ca, Al, K e Mg apresentaram concentrações apreciáveis na solução residual.

A quantificação da grafite por XRD mostrou que o método produziu uma amostra com teores de grafite superiores que os do padrão usado para comparação neste trabalho, o produto de purificação da fábrica, sugerindo que o método tem potencial para ser aplicado industrialmente.

² Rotações por minuto

5.1. Recomendações

A presença de metais na grafite produzida sugere a possibilidade de uma ligeira acidificação da água de suspensão para ajudar na dissolução de minerais da ganga daí, propõe-se que seja estudada a adição de HCl ou H_2SO_4 para auxiliarem no processo de remoção de minerais da ganga através da sua dissolução.

Referências Bibliográficas

- Belém, J. (2018). Grafita. Grafita da região de Jequitinhonha-MG. Vol. 2, Number 10/2018. <http://recursomineralmg.codemge.com.br/wp-content/uploads/2018/10/Grafita.pdf>
- Bernardes, M. (2018). Flotação da Grafita e Optimizações. <http://www.minasjr.com.br>
- Bianchi, S. R. (2011). Avaliação de Estratégias Analíticas para Reduzir Interferências em ICP-MS e ICP-OES. Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia. <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/916515/1/3868.pdf>
- Brito, H., Piumbini, B. S., Luz, J. A. M. da, & Nascimento, E. M. D. (2018). Caracterização e Prospecção de Grafita do Complexo Jequitinhonha. Geologia USP. Série Científica, 18(1), 67–84. <https://doi.org/10.11606/issn.2316-9095.v18-131162>
- Brouwer, Peter. (2010). Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles. 2010, 71. www.panalytical.com
- Campanaro, J. F., & Gonçalves, A. N. (2025). Graphite: Mineral Occurrences and the Evolution of Its Applications. Eds.; Vol. 443. https://doi.org/10.1007/978-3-031-92651-8_45
- Chelgani, S. C., Rudolph, M., Kratzsch, R., Sandmann, D., & Gutzmer, J. (2016). A Review of Graphite Beneficiation Techniques. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 37(1), 58–68. <https://doi.org/10.1080/08827508.2015.1115992>
- Coller, A. van. (2014). Geoquímica Ambiental da Mina de Grafite de Balama. www.digbywells.com
- Correia, J. C. G., & Couto, H. J. B. (2010). Classificação e Peneiramento. CETEM/MCTIC. <https://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/734/1/CCL00280010.pdf>
- Costa, L. P. (2016). Difractometria e Fluorescência de Raio-X Aplicadas na Caracterização e Identificação de Minerais. <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/38256>
- Dias, J. A. (2004). A Análise Sedimentar e o Conhecimentos dos Sistemas Marinhos (Uma Introdução à Oceanografia Geológica). <https://www.researchgate.net/publication/236551412>
- Diniz, M. S. (2013). Instrumentação e Controle no Processo de Flotação Convencional de Minério de Ferro. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.
- Douvris, C., Vaughan, T., Bussan, D., Bartzas, G., & Thomas, R. (2023, December 20). How ICP-OES Changed the Face of Trace Element Analysis: Review of the Global Application Landscape. Science of the Total Environment, 905, 17. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.167242>
- Ferretti, M. (2008, April 9). Princípios e Aplicações de Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X (FRX) com Instrumentação Portátil para Estudo de Bens Culturais. 7(7), 74–98.

- Florena, F. F., Syarifuddin, F., Hanam, E. S., Trisko, N., Kustiyo, E., Enilisiana, Rianto, A., & Arinton, G. (2016). Floatability Study of Graphite ore From Southeast Sulawesi (Indonesia). AIP Conference Proceedings, 1712. <https://doi.org/10.1063/1.4941888>
- Ghosh, A. K. (2024). Literature Quest and Survey on Graphite Beneficiation Through Flotation. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 189(2023/10/17), 22. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2023.113980>
- Giannini, P. C. F. (1987). Sedimentação Quaternária na Planície Costeira de Peruíbe - Itanhaém (SP). Universidade de São Paulo. <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/44/44136/tde-08042013-101021/pt-br.html>
- Gobbo, L. D. A. (2009). Aplicação da Difração de Raios-x e Método de Rietveld no Estudo de Cimento Portland. Universidade de São Paulo. <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/44/44137/tde-23072009-144653/publico/LAG.pdf>
- Granato, D., Oliveira, C. C., & Kist, A. (2018). Análise Estatística Descritiva Aplicada à Ciência e Tecnologia de Alimentos Usando Programas Estatísticos. Eds.; Vol. 3.
- Igbinigie, E. (2013). Projecto de Grafite de Balama da Syrah Resources Moçambique Final (Waste and Wastewater Assessment Report). Relatório de Avaliação de Resíduos e Efluentes. www.cesnet.co.za
- Igbinigie, E. (2013). Relatório de Avaliação de Resíduos e Efluentes. Syrah Resources Limited. www.cesnet.co.za
- Jara, A. D., Betemariam, A., Woldetinsae, G., & Kim, J. Y. (2019). Purification, Application and Current Market Trend of Natural Graphite: A review. International Journal of Mining Science and Technology, 29(5), 671–689. <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2019.04.003>
- Kahn, H. (2016). Fundamentos da Umidade - Medição na Indústria. Kahn. www.kahn.com
- Kumara, G. R. A., Pitawala, H. M. G. T. A., Karunarathne, B., Mantilaka, M. M. M. G. P. G., Rajapakse, R. M. G., Huang, H. H., De Silva, K. K. H., & Yoshimura, M. (2021). Development of a Chemical-Free Flotation Technology for the Purification of Vein Graphite and Characterization of the Products. Scientific Reports, 11(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-021-02101-9>
- Massi, L., Rogério De Sousa, S., Lalue, C., & Junior, M. J. (2008). Fundamentos e Aplicação da Flotação como Técnica de Separação de Misturas. 20–23. www.lapeq.fe.usp.br
- Mendes, M. V. A., Silva, G. S. R., Gomes, L. C., Siqueira, L. A., Silva, G. G., & Pereira, P. E. C. (2021). Revisão Sistemática: Separação Magnética no Processamento Mineral. 37(4), 15. <https://doi.org/10.15628/holos.2021.8627>
- Mustika, D., Torowati, Sudirman, Dimyati, A., Fisli, A., Joni, I. M., & Langenati, R. (2021). Current Status of Purification of Indonesian Natural Graphite as a Candidate for Nuclear Fuel Matrix by Hydrometallurgy and Pyrometallurgy Methods. Journal of Physics: Conference Series, 2048(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2048/1/012021>

- Mustika, D., Torowati, T., Sudirman, S., Fisli, A., Joni, I. M., Langenati, R., & Setiawan, J. (2019). Purification of Indonesian Natural Graphite by Acid Leaching Method as Nuclear Fuel Matrix: Physical Characterization. *International Journal of Chemistry*, 11(1), 9. <https://doi.org/10.5539/ijc.v11n1p9>
- Pais, B. R. da R. C. (2017). Materiais Cerâmicos Modificados por Detonação: Estudos por XRF, XRD, SEM-EDS e Fotoluminescência (*Master's thesis*). Universidade de Coimbra. <https://hdl.handle.net/10316/82836>
- Rees, O. W., Coolican, F. A., & Pierren, E. D. (1957). Comparison of Methods for Determination of Volatile Matter and Ash in Coal. Ed. Illinois State Geological Survey. <http://library.isgs.illinois.edu/Pubs/pdfs/circulars/c240.pdf>
- Ribeiro, T. M. G. (2016). Caracterização de Minério de Grafita de Almenara - MG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais. <https://hdl.handle.net/1843/RAOA-BCM7A>
- Sampaio, J. A., Andrade, M. C., Paiva, P. R. P., & Dutra, A. J. B. (2005). 22. Grafita. Rochas e Minerais Industriais. In Rochas e Minerais Industriais – CETEM. <https://mineralis.cetem.gov.br/bitstream/cetem/1080/1/22.GRAFITA%20ok.pdf>
- Santana, R. C. de. (2007). Análise da Influência do Tamanho da Partícula na Flotação da Apatita em Coluna. 184f. UFU, Universidade Federal de Uberlândia. <https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/15241>
- Santos, D. F. (2018). Caracterização das Ocorrências de Orfita nos Paragnaisses e Quartzitos da Porção Nordeste do Cráton São Francisco, Sul do Estado de Sergipe – SE, Universidade Federal de Sergipe. <http://ri.ufs.br/jspui/handle/riufs/9732>
- Santos, E. S., Gama, E. M., França, R. S., Souza, A. S., & Matos, R. P. (2013). Espectrometria de Fluorescência de Raios-x na Determinação de Espécies Químicas. *Enciclopédia Biosfera*, 9(17), 3413-3432. 2013, (9), 20. <https://www.conhecer.org.br/enciclop/2013b/MULTIDISCIPLINAR/espectrometria.pdf>
- Saturnino, J. C. S. F. (2019). Grafite de Kish: Aspecto Gerais, Caracterização e Purificação. Beneficiamento de Grafite. Universidade Federal de Viçosa. <https://locus.ufv.br/handle/123456789/27569>
- Silva, A. F. da. (2018). Efeito de Altas Pressões e altas Temperaturas no Óxido de Grafite (Effect of High Pressure and High Temperature on Graphite Óxide). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. https://lume.ufrgs.br/discover?filtertype=author&filter_relational_operator=equals&filter=Silva,%20Andr%C3%A9%20Fernandes%20da
- Silva, R. L. (2019). Estudo de Flotação de Grafita em Escala de Laboratório. Universidade Federal do Ceará. <https://repositorio.ufc.br/handle/riufc/49247>
- Simandl, G. J., Paradis, S., & Akam, C. (2015). Graphite Deposit Types, Their Origin, and Economic Significance. 8, 163–171. <https://www.researchgate.net/publication/288833915>

- Souza, I. (2013). Concentração Mineral. EEEP. <https://educacaoprofissional.seduc.ce.gov.br>
- Uysal, S. (2013). Graphite and Syrah Resources Balama Project. Ed. (p. 32). Syrah Resources Limited. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.33615.74403>
- Vasumathi, N., Sarjekar, A., Chandrayan, H., Chennakesavulu, K., Reddy, G. R., Vijaya Kumar, T. V., El-Gendy, N. S., & Gopalkrishna, S. J. (2023). A Mini Review on Flotation Techniques and Reagents Used in Graphite Beneficiation. *International Journal of Chemical Engineering*, 2023(2022), 15. <https://doi.org/10.1155/2023/1007689>
- Vieira, M. A. (2003). Amostragem em Suspensão de Sedimentos, Carvões e Cinzas Para a Determinação de As e Sn por HG-GF AAS com Retenção no Tubo de Grafite Recoberto com Modificador Permanente. Universidade Federal de Santa Catarina. <http://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/85016>
- Yadav, R., Sharma, A. K., & Sharma, S. (2025). Advance Development in Natural Graphite Material and Its Applications: A Review. *Mining, Metallurgy and Exploration*, 42(1), 361–385. <https://doi.org/10.1007/s42461-024-01167-z>
- Zenebon, O., Pascuet, N. S., & Tiglea, P. (2008). Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos. Eds.; 4th ed. SES - CCD -IAL. <https://scispace.com/pdf/metodos-fisico-quimicos-para-analise-de-alimentos-4a-edicao-1zvnbdbp13.pdf>
- Zhao, L. (2022). Purification of Engineered Graphite for Advanced Application. *Materials Science and Engineering*. <https://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:kth:diva-315048>
- Zide, A. (2015). A Proposta Mina de Grafite de Balama na Província de Cabo Delgado no Distrito de Balama no Norte de Moçambique. (Ed.), Sumário Executivo (p. 21). CES. https://www.dfc.gov/sites/default/files/esia/2023/syrahbalama/SumarioExecutivo_Portugues_eFinal.pdf

Anexos

Durante a realização deste trabalho, apresentou-se alguns resultados como valores suspeitos. Para invalidar esses valores, recorreu-se ao teste **Q** de Dixon e **G** de Grubbs. Os dados apresentados em vermelhas nas tabelas são os que foram rejeitados e verdes são os que foram incluídos nos cálculos a 95% do nível de confiança.

Anexo A: Determinação do rácio S:L e tempos de agitação da grafite.

Tabela I: Resultados experimentais obtidos durante a determinação do rácio S:L e tempos de agitação durante 24 h de repouso com volumes de 125, 250 e 500 mL de água destilada.

Tempo de agitação (min)	Copo (g)	Copo + amostra (g)	Massa da amostra (g)	Cadinho grafite (g)	Cadinho resíduo (g)	Cadinho + grafite (g)	Cadinho + resíduo (g)	mGrafite (g)	mResíd (g)	mGrafite + resíd (g)	Perda (g)
30	271.020	273.550	2.530	37.600	56.480	37.690	58.900	0.090	2.420	2.510	0.020
	267.810	270.350	2.540	38.450	48.570	38.560	50.970	0.110	2.400	2.510	0.030
	289.020	291.560	2.540	33.110	46.500	33.200	48.940	0.090	2.440	2.530	0.010
60	283.060	285.590	2.530	39.100	49.010	39.210	51.410	0.110	2.400	2.510	0.020
	262.100	264.650	2.550	30.610	28.020	30.730	30.430	0.120	2.410	2.530	0.020
	248.030	250.550	2.520	47.660	52.460	47.780	54.830	0.120	2.370	2.490	0.030
120	264.700	267.240	2.540	37.600	56.470	37.790	58.790	0.190	2.320	2.510	0.030
	249.830	252.360	2.530	39.090	48.560	39.280	50.880	0.190	2.320	2.510	0.020
	262.210	264.760	2.550	38.440	33.110	38.610	35.460	0.170	2.350	2.520	0.030
180	271.180	273.710	2.530	30.600	47.640	30.790	49.960	0.190	2.320	2.510	0.020
	289.040	291.580	2.540	39.090	49.010	39.290	51.320	0.200	2.310	2.510	0.030
	283.080	285.640	2.560	38.450	48.560	38.630	50.930	0.180	2.370	2.550	0.010
240	267.860	270.400	2.540	37.610	33.110	37.780	35.470	0.170	2.360	2.530	0.010
	247.270	249.820	2.550	30.610	47.650	30.810	49.970	0.200	2.320	2.520	0.030
	261.520	264.050	2.530	28.020	46.500	28.220	48.810	0.200	2.310	2.510	0.020
300	273.050	275.590	2.540	38.450	48.570	38.630	50.920	0.180	2.350	2.530	0.010
	253.170	255.720	2.550	33.110	49.010	33.320	51.320	0.210	2.310	2.520	0.030
	233.690	236.220	2.530	37.610	47.650	37.790	49.970	0.180	2.320	2.500	0.030

360	236.140	238.670	2.530	39.090	30.600	39.260	32.940	0.170	2.340	2.510	0.020
	272.490	275.020	2.530	30.640	52.430	30.830	54.740	0.190	2.310	2.500	0.030
	289.250	291.800	2.550	33.130	46.480	33.340	48.800	0.210	2.320	2.530	0.020
60	261.800	264.320	2.520	39.770	49.270	39.880	51.660	0.110	2.390	2.500	0.020
	296.270	298.780	2.510	40.640	59.830	40.700	62.300	0.060	2.470	2.530	-0.020
	264.360	266.870	2.510	40.670	53.430	40.790	55.810	0.120	2.380	2.500	0.010
	296.090	298.620	2.530	31.801	46.935	31.931	49.305	0.130	2.370	2.500	0.030
120	289.510	292.070	2.560	50.410	55.500	50.580	57.880	0.170	2.380	2.550	0.010
	296.210	298.780	2.570	41.360	53.330	41.540	55.660	0.180	2.330	2.510	0.060
	267.970	270.510	2.540	41.360	58.930	41.570	61.230	0.210	2.300	2.510	0.030
180	296.160	298.700	2.540	40.690	56.540	40.840	58.900	0.150	2.360	2.510	0.030
	269.440	271.980	2.540	39.780	51.390	40.020	53.670	0.240	2.280	2.520	0.020
	281.040	283.590	2.550	40.640	53.340	40.860	55.660	0.220	2.320	2.540	0.010
240	296.090	298.620	2.530	39.770	56.530	39.990	58.820	0.220	2.290	2.510	0.020
	271.250	273.780	2.530	40.630	51.360	40.830	53.670	0.200	2.310	2.510	0.020
	268.010	270.570	2.560	50.390	58.910	50.590	61.250	0.200	2.340	2.540	0.020
300	270.990	273.540	2.550	40.620	58.900	40.810	61.250	0.190	2.350	2.540	0.010
	267.800	270.340	2.540	41.340	51.810	41.560	54.110	0.220	2.300	2.520	0.020
	264.220	266.760	2.540	35.010	56.520	35.221	58.839	0.211	2.319	2.530	0.010
360	283.110	285.650	2.540	39.760	52.650	39.990	54.950	0.230	2.300	2.530	0.010
	269.400	271.950	2.550	32.360	49.160	32.550	51.490	0.190	2.330	2.520	0.030
	295.840	298.380	2.540	50.390	53.310	50.592	55.628	0.202	2.318	2.520	0.020
60	283.700	286.220	2.520	41.360	51.450	41.420	53.890	0.060	2.440	2.500	0.020
	296.500	299.060	2.560	22.550	29.740	22.670	32.150	0.120	2.410	2.530	0.030
	264.660	267.210	2.550	50.420	23.180	50.530	25.600	0.110	2.420	2.530	0.020
	267.930	270.480	2.550	51.322	53.506	51.435	55.923	0.113	2.417	2.530	0.020
	281.030	283.550	2.520	40.670	51.740	40.840	54.050	0.170	2.310	2.480	0.040
	296.250	298.760	2.510	40.640	53.340	40.720	55.760	0.080	2.420	2.500	0.010

120	264.340	266.860	2.520	41.360	58.960	41.500	61.330	0.140	2.370	2.510	0.010
	271.170	273.710	2.540	46.662	48.472	46.791	50.863	0.129	2.391	2.520	0.020
180	271.200	273.730	2.530	39.790	52.690	39.970	55.030	0.180	2.340	2.520	0.010
	269.470	272.020	2.550	51.380	51.840	51.480	54.280	0.100	2.440	2.540	0.010
	268.020	270.550	2.530	29.630	51.380	29.810	53.710	0.180	2.330	2.510	0.020
	289.130	291.670	2.540	47.885	47.138	48.017	49.536	0.132	2.398	2.530	0.010
240	264.320	266.870	2.550	50.410	51.710	50.590	54.070	0.180	2.360	2.540	0.010
	269.470	272.030	2.560	22.550	52.670	22.710	55.040	0.160	2.370	2.530	0.030
	296.230	298.770	2.540	23.080	51.840	23.240	54.210	0.160	2.370	2.530	0.010
300	271.200	273.740	2.540	41.360	56.540	41.510	58.910	0.150	2.370	2.520	0.020
	264.660	267.190	2.530	40.640	50.410	40.790	52.780	0.150	2.370	2.520	0.010
	289.210	291.730	2.520	39.780	52.670	39.970	54.990	0.190	2.320	2.510	0.010
360	281.080	283.610	2.530	40.670	51.350	40.830	53.700	0.160	2.350	2.510	0.020
	268.280	270.830	2.550	29.630	58.950	29.790	61.330	0.160	2.380	2.540	0.010
	269.640	272.150	2.510	40.640	56.540	40.810	58.860	0.170	2.320	2.490	0.020

Tabela II: O teor do concentrado da grafite obtido na determinação do rácio S:L com volumes 125, 250 e 500 mL de água destilada.

Tempo de agitação (min)	χ_{Amostra} (g)	χ_{Grafite} (g)	$\chi_{\text{Resíduo}}$ (g)	Rendimento (%)	$\chi_{\text{Resid + graf}}$ (g)	Perdas (g)	S_{Amostra}	S_{Grafite}	$S_{\text{Resíduo}}$	Teste Q	Teste G
30	2.5367	0.0967	2.4200	3.8108	2.5167	0.0200	0.0058	0.0115	0.0200		
60	2.5333	0.1167	2.3933	4.6053	2.5100	0.0233	0.0153	0.0058	0.0208		
120	2.5400	0.1833	2.3300	7.2178	2.5133	0.0267	0.0100	0.0115	0.0115		
180	2.5433	0.1900	2.3333	7.4705	2.5233	0.0200	0.0153	0.0100	0.0100		
240	2.5400	0.1900	2.3300	7.4803	2.5200	0.0200	0.0100	0.0173	0.0173		
300	2.5400	0.1900	2.3267	7.4803	2.5167	0.0233	0.0100	0.0173	0.0173		
360	2.5367	0.1900	2.3233	7.4901	2.5133	0.0233	0.0115	0.0200	0.0200		

60	2.5200	0.1200	2.3800	4.7619	2.5000	0.0200	0.0096	0.0100	0.0100	0.7143	6.0000
120	2.5567	0.1867	2.3367	7.3012	2.5233	0.0333	0.0153	0.0208	0.0404		
180	2.5433	0.2033	2.3200	7.9948	2.5233	0.0200	0.0058	0.0473	0.0400		
240	2.5400	0.2067	2.3133	8.1365	2.5200	0.0200	0.0173	0.0115	0.0252		
300	2.5433	0.2070	2.3230	8.1389	2.5300	0.0133	0.0058	0.0154	0.0252		
360	2.5433	0.2073	2.3160	8.1520	2.5233	0.0200	0.0058	0.0205	0.0151		
60	2.5533	0.1143	2.4157	4.4778	2.5300	0.0233	0.0173	0.0051	0.0051	0.8333	10.5880
120	2.5267	0.1463	2.3570	5.7916	2.5033	0.0233	0.0126	0.0212	0.0420	0.5444	3.1258
180	2.5333	0.1640	2.3560	6.4737	2.5200	0.0133	0.0096	0.0277	0.0367	0.4000	2.3094
240	2.5500	0.1667	2.3667	6.5359	2.5333	0.0167	0.0100	0.0115	0.0058		
300	2.5300	0.1633	2.3533	6.4559	2.5167	0.0133	0.0100	0.0231	0.0289		
360	2.5300	0.1633	2.3500	6.4559	2.5133	0.0167	0.0200	0.0058	0.0300		

Anexo B: Variação do tempo do repouso

Tabela III: Resultados experimentais obtidos com volume de 250 mL, tempo de agitação 180 minutos e diferentes tempos de repouso.

Tempo de repouso (h)	Copo (g)	Copo + amostra (g)	Massa da amostra (g)	Cadinho grafite (g)	Cadinho resíduo (g)	Cadinho + grafite (g)	Cadinho + resíduo (g)	mGrafite (g)	mResíd (g)	mGrafit + resíd (g)	Perda (g)
24	296.160	298.700	2.540	40.690	56.540	40.840	58.900	0.150	2.360	2.510	0.030
	269.440	271.980	2.540	39.780	51.390	40.020	53.670	0.240	2.280	2.520	0.020
	281.040	283.590	2.550	40.640	53.340	40.860	55.660	0.220	2.320	2.540	0.010
48	280.900	283.430	2.530	41.360	53.320	41.610	55.590	0.250	2.270	2.520	0.010
	283.110	285.640	2.530	35.010	52.660	35.250	54.930	0.240	2.270	2.510	0.020
	289.030	291.570	2.540	40.660	51.820	40.900	54.110	0.240	2.290	2.530	0.010
72	271.440	273.980	2.540	39.750	53.310	40.010	55.580	0.260	2.270	2.530	0.010
	264.590	267.120	2.530	40.650	52.650	40.890	54.920	0.240	2.270	2.510	0.020
	269.280	271.810	2.530	32.370	51.670	32.610	53.950	0.240	2.280	2.520	0.010

96	268.540	271.090	2.550	40.630	51.360	40.870	53.650	0.240	2.290	2.530	0.020
	296.960	299.490	2.530	41.350	56.520	41.600	58.790	0.250	2.270	2.520	0.010
	262.150	264.690	2.540	35.010	49.170	35.260	51.440	0.250	2.270	2.520	0.020

Tabela IV: O teor do concentrado da grafite obtido com diferentes tempos de repouso e o volume de 250 mL e tempo de agitação 180 minutos.

Tempo de repouso (h)	χ_{Amostra} (g)	χ_{Grafite} (g)	$\chi_{\text{Resíduo}}$ (g)	Rendimento (%)	$\chi_{\text{Resíd + graf}}$ (g)	Perdas (g)	S_{Amostra}	S_{Grafite}	$S_{\text{Resíduo}}$
24	2.543	0.203	2.320	7.995	2.523	0.020	0.006	0.047	0.040
48	2.533	0.243	2.277	9.605	2.520	0.013	0.006	0.006	0.012
72	2.533	0.247	2.273	9.737	2.520	0.013	0.006	0.012	0.006
96	2.540	0.247	2.277	9.711	2.523	0.017	0.010	0.006	0.012

Anexo C: Variação da velocidade de agitação

Tabela V: Resultados experimentais obtidos durante 48 h de repouso, tempo de agitação de 180 minutos e volumes de 250 mL de água destilada mas com diferentes velocidades de agitação.

velocidade de agitação (x1000 rpm)	Copo (g)	Copo + amostra (g)	Massa da amostra (g)	Cadinho grafite (g)	Cadinho resíduo (g)	Cadinho + grafite (g)	Cadinho + resíduo (g)	m_{Graf} (g)	$m_{\text{Resíd}}$ (g)	$m_{\text{Graf + resíd}}$ (g)	Perda (g)
2	236.130	238.680	2.550	39.090	56.470	39.200	58.900	0.110	2.430	2.540	0.010
	233.680	236.220	2.540	37.610	48.570	37.740	50.970	0.130	2.400	2.530	0.010
	247.140	249.690	2.550	47.630	46.470	47.740	48.880	0.110	2.410	2.520	0.030
3	253.010	255.560	2.550	30.590	48.990	30.810	51.300	0.220	2.310	2.530	0.020
	272.990	275.540	2.550	33.100	52.430	33.280	54.760	0.180	2.330	2.510	0.040
	267.390	269.930	2.540	38.430	21.810	38.640	24.130	0.210	2.320	2.530	0.010

4	280.900	283.430	2.530	41.360	53.320	41.610	55.590	0.250	2.270	2.520	0.010
	283.110	285.640	2.530	35.010	52.660	35.250	54.930	0.240	2.270	2.510	0.020
	289.030	291.570	2.540	40.660	51.820	40.900	54.110	0.240	2.290	2.530	0.010
5	236.080	238.610	2.530	28.010	21.310	28.080	22.530	0.070	1.220	1.290	1.240
	233.720	236.270	2.550	37.610	48.570	37.670	49.980	0.060	1.410	1.470	1.080
	247.810	250.340	2.530	38.450	49.010	38.520	50.320	0.070	1.310	1.380	1.150

Tabela VI: Rendimento da extracção da grafite obtido durante 48 h de repouso, tempo de agitação de 180 minutos e volume de 250 mL de água destilada mas com diferentes velocidades de agitação.

velocidade de agitação (x1000 rpm)	χ_{Amostra} (g)	χ_{Grafite} (g)	$\chi_{\text{Resíduo}}$ (g)	Rendimento (%)	$\chi_{\text{Resid}} + \text{graf}$ (g)	Perdas (g)	S_{Amostra}	S_{Grafite}	$S_{\text{Resíduo}}$
2	2.547	0.117	2.413	4.581152	2.530	0.017	0.006	0.012	0.015
3	2.547	0.203	2.320	7.984293	2.523	0.023	0.006	0.021	0.010
4	2.533	0.243	2.277	9.605263	2.520	0.013	0.006	0.006	0.012
5	2.537	0.067	1.313	2.628121	1.380	1.157	0.012	0.006	0.095

Anexo D: Variação de tamanho das partículas

Tabela VII: Resultados experimentais obtidos com diferentes tamanhos das partículas durante 48 h de repouso, tempo de agitação de 180 minutos e volume de 250 mL de água destilada e com velocidade 4000 rpm.

Tamanh o das partícula s (mesh)	Copo (g)	Copo + amostra (g)	Massa da amostra (g)	Cadinh o grafite (g)	Cadinh o resíduo (g)	Cadinh o + grafite (g)	Cadinh o + resíduo (g)	<i>m</i> Graf (g)	<i>m</i> Resíd (g)	<i>m</i> Graf + resíd (g)	Perda (g)	Rendi m %
< 30	247.020	249.550	2.530	38.440	49.010	38.500	51.470	0.060	2.460	2.520	0.010	2.37
	236.010	238.550	2.540	39.090	48.570	39.150	51.020	0.060	2.450	2.510	0.030	2.36
	252.970	255.530	2.560	37.610	33.110	37.690	35.560	0.080	2.450	2.530	0.030	3.12
< 40	256.120	258.670	2.550	47.660	56.470	47.750	58.900	0.090	2.430	2.520	0.030	3.53
	250.170	252.710	2.540	30.610	33.110	30.690	35.550	0.080	2.440	2.520	0.020	3.15
	247.790	250.330	2.540	39.100	28.020	39.190	30.440	0.090	2.420	2.510	0.030	3.54
< 60	280.900	283.430	2.530	41.360	53.320	41.610	55.590	0.250	2.270	2.520	0.010	9.88
	283.110	285.640	2.530	35.010	52.660	35.250	54.930	0.240	2.270	2.510	0.020	9.49
	289.030	291.570	2.540	40.660	51.820	40.900	54.110	0.240	2.290	2.530	0.010	9.45
< 100	233.620	236.150	2.530	47.650	30.600	47.920	32.850	0.270	2.250	2.520	0.010	10.67
	267.400	269.950	2.550	47.660	46.490	47.790	48.880	0.130	2.390	2.520	0.030	5.10
	272.970	275.520	2.550	39.090	56.470	39.340	58.750	0.250	2.280	2.530	0.020	9.80
	253.570	256.110	2.540	38.530	53.240	38.790	55.510	0.260	2.270	2.530	0.010	10.24
< 170	250.150	252.700	2.550	30.600	49.010	32.430	49.720	1.830	0.710	2.540	0.010	71.76
	256.080	258.620	2.540	37.610	33.110	38.440	34.800	0.830	1.690	2.520	0.020	32.68
	247.860	250.390	2.530	48.570	38.440	49.390	40.130	0.820	1.690	2.510	0.020	32.41
	280.560	283.090	2.530	35.020	56.390	35.850	58.060	0.830	1.670	2.500	0.030	32.81
	233.890	236.430	2.540	39.110	46.570	39.950	48.240	0.840	1.670	2.510	0.030	33.07
	233.540	236.070	2.530	39.100	49.010	39.480	51.130	0.380	2.120	2.500	0.030	15.02
	255.950	258.470	2.520	37.610	46.480	37.970	48.600	0.360	2.120	2.480	0.040	14.29
	252.880	255.400	2.520	38.440	56.470	38.810	58.600	0.370	2.130	2.500	0.020	14.68
	246.930	249.450	2.520	33.110	48.570	33.490	50.680	0.380	2.110	2.490	0.030	15.08
< 230	247.770	250.320	2.550	37.610	49.010	37.850	51.280	0.240	2.270	2.510	0.040	9.41
	256.110	258.640	2.530	38.450	48.570	38.670	50.850	0.220	2.280	2.500	0.030	8.70

	233.650	236.180	2.530	39.090	30.600	39.160	33.020	0.070	2.420	2.490	0.040	2.77
	267.470	270.020	2.550	35.070	51.740	35.300	54.050	0.230	2.310	2.540	0.010	9.02
< 325	236.010	238.550	2.540	33.110	47.650	33.280	49.990	0.170	2.340	2.510	0.030	6.69
	256.110	258.660	2.550	37.600	38.440	37.770	40.800	0.170	2.360	2.530	0.020	6.67
	247.770	250.320	2.550	39.090	33.100	39.250	35.460	0.160	2.360	2.520	0.030	6.27

Tabela VIII: Rendimento da extracção da grafite obtido com diferentes tamanhos das partículas, durante 48 h de repouso, tempo de agitação de 180 minutos e volume de 250 mL de água destilada e com velocidade 4000 rpm.

Tamanho das partículas (mesh)	χ_{Amostr} (g)	χ_{Graf} (g)	χ_{Resid} (g)	Rendimento (%)	$\chi_{\text{Resid + graf}}$ (g)	Perdas (g)	S_{Amostr}	S_{Grafite}	S_{Resid}	Teste Q	Teste G
< 30	2.543	0.067	2.453	2.621	2.520	0.023	0.015	0.012	0.006		
< 40	2.543	0.087	2.430	3.408	2.517	0.027	0.006	0.006	0.010		
< 60	2.533	0.243	2.277	9.605	2.520	0.013	0.006	0.006	0.012		
< 100	2.540	0.260	2.267	10.236	2.527	0.013	0.010	0.010	0.015	0.857	13.000
< 170	2.523	0.373	2.120	14.767	2.493	0.030	0.011	0.010	0.008	0.673	152.231
< 230	2.543	0.230	2.287	9.043	2.517	0.027	0.012	0.010	0.021	0.882	16.000
< 325	2.547	0.167	2.353	6.545	2.520	0.027	0.006	0.006	0.012		

Anexo E: A espectroscopia de difracção de raios-X (XRD)

Tabela IX: Teor mássico das análises quantitativas dos componentes cristalinos e materiais amorfos de XRD das amostras da grafite.

		Análise quantitativa dos componentes cristalinos				Análise quantitativa de componentes cristalinos e materiais amorfos					
		Grafite		Resíduo		Grafite			Resíduo		
Tamanho	Fase	C (%w)	Si (%w)	C (%w)	Si (%w)	C (%w)	Si (%w)	Amorfo (%w)	C (%w)	Si (%w)	Amorfo (%w)
T < 88 µm (170 mesh)	1	21.10	11.60	21.30	13.00	17.90	9.90	15.00	10.70	6.50	50.00
	2	21.40	11.60	20.70	12.90	18.20	9.90		10.30	6.50	
	3	23.70	10.60	18.70	13.40	20.10	9.00		9.30	6.70	
T < 63 µm (230 mesh)	1	21.90	15.80	16.60	11.80	16.00	11.50	27.20	10.20	7.30	38.70
	2	22.40	16.50	16.60	11.80	16.30	12.00		10.20	7.20	
	3	23.40	15.80	16.60	11.70	17.10	12.00		10.20	7.20	
Padrão	1	13.40	9.30			7.70	5.40	42.30			
	2	13.50	9.40			7.70	5.40				
	3	13.50	8.80			7.80	5.10				
Amostra bruta	1	14.50	10.30			11.70	8.30	19.60			
	2	14.70	10.30			11.80	8.30				
	3	14.60	10.30			11.70	8.30				

Tabela X: Teor da média, desvio padrão e desvio padrão relativo.

Análise quantitativa dos componentes cristalinos													
Tamanho	Grafite						Resíduo						
	$\bar{X}_{Grafite}$		<i>S</i>		<i>RSD</i>		$\bar{X}_{Resíduo}$		<i>S</i>		<i>RSD</i>		
	C (%w)	Si (%w)	C	Si	C	Si	C (%w)	Si (%w)	C	Si	C	Si	
T < 88 µm (170 mesh)	22.07	11.27	1.42	0.58	6.45	5.12	20.23	13.10	1.36	0.26	6.73	2.02	
T < 63 µm (230 mesh)	22.57	16.03	0.76	0.40	3.38	2.52	16.60	11.77	0.00	0.06	0.00	0.49	
Padrão	13.47	9.17	0.06	0.32	0.43	3.51							
Amostra bruta	14.60	10.30	0.10	0.00	0.68	0.00							

Análise quantitativa de componentes cristalinos e materiais amorfos													
Tamanho	Grafite							Resíduo					
	$\bar{X}_{Grafite}$		Amorfo (%w)	<i>S</i>		<i>RSD</i>		$\bar{X}_{Resíduo}$		Amorfo (%w)	<i>S</i>		<i>RSD</i>
	C (%w)	Si (%w)		C	Si	C	Si	C (%w)	Si (%w)		C	Si	
T < 88 µm (170 mesh)	18.73	9.60	15.00	1.19	0.52	6.37	5.41	10.10	6.57	50.00	0.72	0.12	7.14 1.76
T < 63 µm (230 mesh)	16.47	11.83	27.20	0.57	0.29	3.45	2.44	10.20	7.23	38.70	0.00	0.06	0.00 0.80
Padrão	7.73	5.30	42.30	0.06	0.17	0.75	3.27						
Amostra bruta	11.73	8.30	19.60	0.06	0.00	0.49	0.00						

Anexo F: Análise de espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF)

Tabela XII: Resultados elementares das análises de XRF da amostra bruta com T<63 µm (230 mesh).

Amostra bruta de T<63 μm (230 mesh)			Amostra processada de T<63 μm (230 mesh)							
				Grafite		Resíduo			Padrão: T=250 μm<149 μm (60 -100 mesh)	
Elemento	Resultado (ppm)	Resultado (%)	Elementos	Resultados (ppm)	Resultados (%)	Resultados (ppm)	Resultados (%)		Grafite da Fábrica (ppm)	Grafite da Fábrica (%)
Si	503589.7	50.359	Si	444689	44.469	511536.8	51.154		104893.700	10.489
Al	190126.3	19.013	Al	114458.5	11.446	200771.9	20.077		67312.180	6.731
Fe	95358.38	9.536	Fe	146370.7	14.637	84217.07	8.422		46725.460	4.673
Ca	41508.54	4.151	Ca	97695.48	9.770	37844.08	3.784		3331.344	0.333
S	60892.24	6.089	S	53259.89	5.326	59972.93	5.997		4814.753	0.481
K	69157.63	6.916	K	42329.13	4.233	67920	6.792		3709.120	0.371
Zn	18584.57	1.858	Zn	49447.21	4.945	17825.39	1.783		1787.658	0.179
V	5513.776	0.551	V	4130.598	0.413	5155.493	0.516		1740.196	0.174
Ti	7722.185	0.772	Ti	7457.755	0.746	7488.191	0.749		4280.781	0.428
Ni	1770.02	0.177	Ni	6621.088	0.662	1346.414	0.135		689.455	0.069
Cr	880.528	0.088	Cr	1021.316	0.102	308.738	0.031		343.659	0.034
Cu	1327.373	0.133	Cu	3149.521	0.315	1227.005	0.123		887.260	0.089
Sr	682.371	0.068	Sr	947.996	0.095	627.15	0.063		0.000	0.000
Zr	577.739	0.058	Zr	754.27	0.075	596.219	0.060		0.000	0.000
Br	15.909	0.002	Br	60.119	0.006	14.021	0.001		21.158	0.002
Se	108.816	0.011	Se	204.763	0.020	96.919	0.010		85.467	0.009
Cd	147.369	0.015	Cd	212.327	0.021	156.952	0.016		36025.850	3.603
Mn	679.706	0.068	Mn	1380.034	0.138	716.974	0.072		155.364	0.016
Pb	54.06	0.005	Pb	218.352	0.022	48.277	0.005			
P	347.961	0.035	P	18091.06	1.809	1224.649	0.122			
Ir	146.006	0.015	Ir	63.672	0.006	139.726	0.014			
Mo	422.996	0.042	Mo	2139.309	0.214	414.154	0.041			
Cl			Cl	4830.794	0.483					
Y	157.45	0.016	Y	0.00	0.00	166.648	0.017			
Th	12.273	0.001	Th	0.00	0.00	13.851	0.001			
Tl	26.207	0.003	Tl	0.00	0.00	25.272	0.003			

Tabela XIII: Resultados elementares das análises de XRF da amostra bruta com T<88µm (170 mesh).

Amostra bruta de T<88 μm (170 mesh)			Amostra processada de T<88 μm (170 mesh)							
Elemento	Resultado (ppm)	Resultado (%)	Elementos	Grafite		Resíduo			Padrão: T=250 μm<149 μm	
				Resultados (ppm)	Resultados (%)	Resultados (ppm)	Resultados (%)		Grafite da Fábrica (ppm)	Grafite da Fábrica (%)
Si	892608.7	89.261	Si	271103.8	27.110	859154.4	85.915		104893.700	10.489
Al	55487.82	5.549	Al	104338.7	10.434	63878.7	6.388		67312.180	6.731
Fe	9697.778	0.970	Fe	194501.7	19.450	18920.81	1.892		46725.460	4.673
Ca			Ca	163928.6	16.393	6309.175	0.631		3331.344	0.333
S	8370.245	0.837	S	96569.07	9.657	13018.05	1.302		4814.753	0.481
K	26365.25	2.637	K	35997.99	3.600	28086.86	2.809		3709.120	0.371
Zn	322.253	0.032	Zn	23321.57	2.332	2093.529	0.209		1787.658	0.179
V	2537.978	0.254	V	3377.746	0.338	2881.366	0.288		1740.196	0.174
Ti	3371.558	0.337	Ti	9227.201	0.923	3035.754	0.304		4280.781	0.428
Ni			Ni	7765.52	0.777	536.069	0.054		689.455	0.069
Cr	519.474	0.052	Cr	1108.53	0.111	480.002	0.048		343.659	0.034
Cu	410.694	0.041	Cu	3694.638	0.369	421.284	0.042		887.260	0.089
Sr			Sr	1135.75	0.114	122.885	0.012		0.000	0.000
Zr	293.339	0.029	Zr	618.179	0.062	256.73	0.026		0.000	0.000
Br	14.878	0.001	Br	352.498	0.035	14.404	0.001		21.158	0.002
			Se	285.665	0.029	13.498	0.001		85.467	0.009
			Cs	12253.03	1.225				36025.850	3.603
			Mn	973.712	0.097				155.364	0.016
			Pb	296.36	0.030					
			P	6847.224	0.685					
			Cl	58940.15	5.894					
			Mo	3262.468	0.326					
			Ag	0.00	0.00	690.519	0.069			
			Y	0.00	0.00	85.935	0.009			

Anexo G: Análise de espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP-EOS)

Tabela XIV: Resultados das análises dos metais lixiviados por ICP-OES, durante a extracção da grafite.

Tamanhos	Elementos	Conc[1] (mg/L)	Conc[2] (mg/L)	Conc[3] (mg/L)	Média ($\bar{X}$)	Desvio Padrão (s)	Desvio padrão relativo (RSD) (%)	Teste Q	Teste G	Intervalo de confiança	Valor verdadeiro (μ) (%)
T<63 μ m (230 mesh)	Ag	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	5
	Al	1.270	1.630	2.060	1.653	0.396	23.922	0.544	1.028	1.653 $\pm$ 0.983	
	As	0.220	0.529	0.509	0.419	0.173	41.236			0.419 $\pm$ 0.429	
	Ba	0.000	0.230	0.297	0.264	0.047	17.980			0.264 $\pm$ 0.117	
	Be	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Ca	7.940	13.200	13.400	11.513	3.096	26.892	0.963	1.154	11.513 $\pm$ 7.686	
	Cd	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Co	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Cr	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Cu	0.000	0.027	0.023	0.025	0.003	11.927			0.025 $\pm$ 0.007	
	Fe	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	K	2.510	2.830	3.980	3.107	0.773	24.884	0.782	1.130	3.107 $\pm$ 1.919	
	Li	0.085	0.081	0.077	0.081	0.004	4.749			0.081 $\pm$ 0.017	
	Mg	1.420	2.290	2.310	2.007	0.508	25.324	0.978	1.154	2.007 $\pm$ 1.261	
	Na	0.000	0.875	0.214	0.545	0.467	85.840			0.545 $\pm$ 1.159	
	Ni	0.183	0.337	0.344	0.288	0.091	31.597			0.288 $\pm$ 0.226	
	Pb	0.026	0.213	0.242	0.160	0.117	72.917	0.865	1.146	0.160 $\pm$ 0.290	
	Se	0.147	0.347	0.340	0.278	0.114	40.829			0.278 $\pm$ 0.283	
	Sr	0.000	0.015	0.023	0.019	0.005	27.686			0.019 $\pm$ 0.012	
	Tl	0.215	0.447	0.460	0.374	0.138	36.859			0.374 $\pm$ 0.342	
	U	0.172	0.553	0.603	0.443	0.236	53.253			0.443 $\pm$ 0.585	
	V	0.023	0.025	0.026	0.025	0.002	6.024			0.025 $\pm$ 0.005	
	Zn	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	

T<88μm (170 mesh).	Ag	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	5
	Al	0.616	0.620	1.150	0.618	0.003	0.458	0.993	1.155	0.618±0.007	
	As	0.013	0.157	0.227	0.132	0.109	82.204	0.672	1.093	0.132±0.270	
	Ba	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Be	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Ca	4.330	8.870	9.330	7.510	2.764	36.798	0.908	1.151	7.510±6.862	
	Cd	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Co	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Cr	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Cu	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Fe	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	K	0.633	0.923	1.140	0.899	0.254	28.306			0.899±0.630	
	Li	0.076	0.073	0.080	0.076	0.003	4.329			0.076±0.007	
	Mg	0.942	1.910	1.850	1.567	0.542	34.606			1.567±1.345	
	Na	2.640	3.460	4.490	3.530	0.927	26.260	0.557	1.036	3.530±2.301	
	Ni	0.091	0.270	0.279	0.213	0.106	49.602	0.952	1.154	0.213±0.263	
	Pb	0.000	0.031	0.000	0.031	0.000	0.000			0	
	Se	0.000	0.144	0.107	0.126	0.026	20.847			0.126±0.064	
	Sr	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	
	Tl	0.093	0.279	0.323	0.232	0.122	52.828	0.809	1.136	0.232±0.302	
	U	0.000	0.166	0.055	0.111	0.078	70.743			0.111±0.193	
	V	0.014	0.020	0.020	0.018	0.004	20.086			0.018±0.010	
	Zn	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			0	

Anexo H: Resultados experimentais da avaliação da qualidade da grafite purificada nas condições otimizadas.

Determinação do Teor de Humidade

Crivo (mesh)	Nº de cadinho	Peso do cadinho vazio W1 (g)	Peso do cadinho + amostra antes da secagem W2 (g)	Peso do cadinho + amostra depois da secagem W3 (g)	Humidade (%)
<230	1	14.210	14.740	14.720	3.774
	2	14.420	14.930	14.920	1.961
	3	13.360	13.880	13.860	3.846
<170	1	9.880	10.400	10.390	1.923
	2	9.200	9.730	9.710	3.774
	3	10.010	10.530	10.510	3.846
Padrão	1	13.150	13.660	13.640	3.922
	2	14.660	15.180	15.160	3.846
	3	13.660	14.180	14.170	1.923

*Onde: **n=3**

Determinação do Teor de Volatilidade

Crivo (mesh)	Nº de cadinho	Peso do cadinho vazio W1 (g)	Peso do cadinho + amostra antes de vilatilizar W3 (g)	Peso do cadinho + amostra depis de volatilizar W4 (g)	m(inicial)	m(final)	Rendimento
<230	1	14.210	14.720	14.680	0.510	0.470	92.157
	2	14.420	14.920	14.890	0.500	0.470	94.000
	3	13.360	13.860	13.820	0.500	0.460	92.000
<170	1	9.880	10.390	10.360	0.510	0.480	94.118
	2	9.200	9.710	9.670	0.510	0.470	92.157
	3	10.010	10.510	10.470	0.500	0.460	92.000
Padrão	1	13.150	13.640	13.610	0.490	0.460	93.878
	2	14.660	15.160	15.140	0.500	0.480	96.000
	3	13.660	14.170	14.130	0.510	0.470	92.157

Determinacao do Teor de Cinzas Totais

Crivo (mesh)	Nº de cadinho	Peso do cadinho vazio W1 (g)	Peso do cadinho + amostra antes da secagem W4 (g)	Peso do cadinho + amostra depis da secagem W5 (g)	Cinzas Totais (%)
<230	1	14.210	14.680	14.229	4.043
	2	14.420	14.890	14.439	4.043
	3	13.360	13.820	13.379	4.130
<170	1	9.880	10.360	9.899	3.958
	2	9.200	9.670	9.217	3.617
	3	10.010	10.470	10.029	4.130
Padrão	1	13.150	13.610	13.160	2.174
	2	14.660	15.140	14.671	2.292
	3	13.660	14.130	13.679	4.043
* Onde: n = 3					



Figura 20: Imagem do processo de purificação da grafite; 1 – agitação; 2 – repouso; 3 – decantação; 4 – secagem; 5 – grafite; 6 – conservação.