



FACULDADE DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
LICENCIATURA EM ENGENHARIA QUÍMICA

Trabalho de licenciatura

**PROCESSAMENTO DA GRAFITE DE NIPEPE USANDO O
ÓLEO DE FRITURA COMO COLECTOR**

Autor:

Machava, Edson Eugénio Orlando

Supervisor:

Prof. Dr. António Cumbane Eng.º

Maputo, maio de 2025



FACULDADE DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
LICENCIATURA EM ENGENHARIA QUÍMICA

Trabalho de licenciatura

**PROCESSAMENTO DA GRAFITE DE NIPEPE USANDO O
ÓLEO DE FRITURA COMO COLECTOR**

Autor:

Machava, Edson Eugénio Orlando

Supervisor:

Prof. Dr. António Cumbane Eng.^o

Maputo, maio de 2025

TERMO DE ENTREGA DO RELATÓRIO DO TRABALHO DE LICENCIATURA

Declaro que o estudante Edson Eugénio Orlando Machava entregou no dia ____ / ____ /2025 as ____ cópias do seu Trabalho de Licenciatura com a referência:_____, intitulado: **“PROCESSAMENTO DA GRAFITE DE NIPEPE USANDO O ÓLEO DE FRITURA COMO COLECTOR”**

Maputo, ____ de _____ 2025

Chefe da Secretaria

DECLARAÇÃO DE HONRA

Eu, Edson Eugénio Orlando Machava declaro por minha honra que o presente trabalho foi realizado inteiramente por mim e que estudos relacionados a este trabalho foram usados como referência obedecendo o regulamento de culminação de estudos nos cursos de engenharia, da faculdade de Engenharia da Universidade Eduardo Mondlane.

DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho aos meus pais, irmãs e aos meus
ante queridos.*

Conto sempre convosco, obrigado!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a DEUS, todo poderoso que na sua imensidão protegeu e acompanhou-me durante a realização do trabalho fornecendo ao meu espírito e corpo tudo que necessitavam para a conclusão do mesmo.

Aos meus pais, Orlando Gilberto Machava e Amelia Lazaro Langa, pelo apoio, suporte, conselhos em tudo que me foi preciso na carreira estudantil e na vida. As minhas irmãs, Lucy e Yumina Machava também agradecer pela alegria, motivação e forças contagiantes que se dispuseram a me oferecer.

Um muito obrigado ao Prof. Dr. Antônio Cumbane, pela oportunidade e chance de realizar o trabalho. Ao INAMI pela material-prima, equipamentos e recurso humano usado. dando ênfase no recurso humano, um agradecimento especial pela colaboração do eng. Muxlhanga, o dr. Nguenha e aos colegas engenheiros de processo e meus do laboratório de tecnologia Cohen Langa, a Yara, o Airton e a Esperança. Incluir outros colegas como o Willbert, Rui e o Reinaldo.

Agradecer aos demais familiares (Langa e Machava) pelo apoio e educação. Em especial ao meu Cândido Machava e aos meus colegas do curso de licenciatura engenharia química de 2020, agradecer a Nazira, Delson, Pery, Anatercia, Neldy, Cossa, Ariel, Edmilson, Marcio, Sérgio, Estácio, Denílson e todos os outros que directamente e indirectamente contribuíram para o meu sucesso como estudante. Agradecer os restantes colegas dos outros anos em especial a Celestina.

Por fim, Agradecer o Departamento de Engenharia Química, em especial ao seu corpo docente por todo conhecimento transmitido, desenvolvimento de carácter, e pela paciência e paixão demonstradas em cada aula.

EPÍGRAFE

“Um dia vamos parar de tentar e passaremos a conseguir”

Papillon

RESUMO

O presente trabalho tem como objectivo principal o beneficiamento do minério da grafite, proveniente de Nipepe (Niassa), focalizando-se no processo de flotação usando colectores não iónicos, nomeadamente o óleo diesel e o querosene e os colectores iónicos. Propondo-se o uso do óleo de fritura residual como colector iónico, devido a presença de radicais livres de ácidos graxos no mesmo.

Para o alcance do deste objectivo, a amostra bruta da grafite foi classificada granulometricamente e caracterizada mineralogicamente com o objectivo de determinar o tamanho das partículas, a quantidade de carbono grafítico e as impurezas nela presentes. Os resultados da classificação granulométrica revelam que o minério da grafite em estudo é predominantemente composto por partículas grossas, sendo 90.32% da sua massa retida em uma fracção de diâmetro médio de 1.5 mm. O seu teor de carbono pelo teste de perda por ignição sendo de apenas 14% e incluindo na sua composição impurezas detectadas em elevadas concentrações pela fluorescência de raios x como Fe_2O_3 , K_2O , TiO_2 e SiO_2 .

A sua concentração foi realizada numa célula de flotação em estágio único, antecedida pela cominuição por meio de um rolo de madeira. Os resultados da classificação granulométrica dos concentrados mostram que a alteração das características ou composições neste processo é resultado do uso dos diferentes colectores. Assim sendo o óleo de fritura residual demonstrou-se viável como proposta económica e ambientalmente favorável ao uso dos hidrocarbonetos líquidos ou colectores não iónicos, apresentando maior rendimento mineralógico nas mesmas condições de processo. As colectas usando o querosene e o óleo diesel, resultaram em 72% e 56% de rendimento da grafite, respectivamente. Enquanto o óleo de fritura, apresenta para os resíduos óleo de soja e o de girassol 89% e 99% de rendimento, respectivamente. O comportamento deste óleo residual ao variar a sua dosagem durante o processo, revela que o seu aumento promove também o aumento da recuperação mássica as custas da maior pureza dos concentrados.

Palavra-chave: grafite, flotação, óleo de fritura, granulometria, perda por ignição

ABSTRACT

The main objective of this study is the beneficiation of graphite ore from Nipepe (Niassa), focusing on the flotation process using non-ionic collectors, namely diesel oil and kerosene, as well as ionic collectors. The use of residual frying oil as an ionic collector is proposed due to the presence of free fatty acid radicals in it.

To achieve this objective, the raw graphite sample was classified granulometrically and mineralogically in order to determine the particle size, the amount of graphite carbon, and the impurities present. The results of the granulometric classification reveal that the graphite ore under study is predominantly composed of coarse particles, with 90.32% of its mass retained in a fraction with a mean diameter of 1.5 mm. Its carbon content, determined by the loss on ignition test, is only 14%, and it contains impurities detected in high concentrations by X-ray fluorescence, such as Fe_2O_3 , K_2O , TiO_2 and SiO_2 .

Concentration was carried out in a single-stage flotation cell, preceded by comminution using a wooden roller. The results of the granulometric classification of the concentrates show that the alteration of characteristics or compositions in this process is the result of the use of different collectors. Thus, the residual frying oil proved to be economically and environmentally viable compared to the use of liquid hydrocarbons or non-ionic collectors, showing higher mineralogical yield under the same processing conditions. Flotation with kerosene and diesel oil resulted in 72% and 56% graphite recovery, respectively. In contrast, the residual frying oil, for soybean oil and sunflower oil residues, showed recoveries of 89% and 99%, respectively. The behavior of this residual oil, when varying its dosage during the process, reveals that its increase also promotes an increase in mass recovery at the expense of higher purity of the concentrates.

Keywords: graphite, flotation, frying oil, granulometry, loss on ignition

Índice

TERMO DE ENTREGA DO RELATÓRIO DO TRABALHO DE LICENCIATURA	i
DECLARAÇÃO DE HONRA.....	ii
DEDICATÓRIA.....	iii
AGRADECIMENTOS	iv
EPÍGRAFE	v
RESUMO.....	vi
ABSTRACT	vii
Índice de figuras	3
Índice de tabelas	4
Índice de Gráficos	5
Lista de siglas e símbolos	6
Capítulo 1: Introdução	8
1.1. Justificativa.....	8
1.2. Objectivos	9
1.2.1. Geral.....	9
1.2.2. Específicos	10
1.3. Estrutura do trabalho.....	10
Capítulo 2: Revisão Bibliográfica.....	11
2.1. Grafite	11
2.2. Classificação da Grafite	11
2.2.1. Grafite em flocos.....	12
2.2.2. Grafite amorfa.....	12
2.2.3. Grafite em veio cristalino	13
2.3. Processamento da Grafite.....	14
2.3.1. Cominuição.....	15
2.3.2. Peneiração	16

2.3.3. Concentração	17
2.3.4. Caracterização mineralógica	23
Capítulo 3: Metodologia	26
3.1. Pesquisa bibliográfica	26
3.2. Obtenção das matérias-primas	26
3.3. Experiências realizadas	27
3.3.1. Classificação granulométrica.....	27
3.3.2. Determinação da composição elementar das impurezas da grafite 28	
3.3.3. Determinação do teor de carbono	29
3.3.4. Concentração por flotação.....	30
Capítulo 4: Análise e discussão dos resultados	33
4.1. Balanço mássico da flotação.....	33
4.2. Classificação granulométrica	34
4.3. Impurezas	36
4.4. Teor do carbono	37
4.5. Rendimento mineralógico.....	39
4.5.1. Óleo de fritura como colector.....	40
Capítulo 5: Conclusões e Recomendações	42
5.1. Conclusões	42
5.2. Recomendações	43
Bibliografia.....	44
Anexo	47

Índice de figuras

Figura 1: Amostras de grafite em flocos (A), grafite de veio cristalino (B) e grafite amorfa (C) (Sampaio <i>et al.</i> , 2008)	12
Figura 2: Curvas diferenciais (da Rosa, 2023)	16
Figura 3: Curvas cumulativas (da Rosa, 2023)	17
Figura 4: Representação esquemática de uma célula de flotação (Kawatra, 2011).	18
Figura 5: Contacto bolha de ar/superfície do mineral em um sistema com e sem colector (Chaves <i>et al.</i> , 2010).....	20
Figura 6: Classificação dos colectores (Chaves <i>et al.</i> , 2010)	20
Figura 7: Perda do peso do concentrado e do minério bruto (Jara <i>et al.</i> , 2020)	24
Figura 8: Mina de grafita localizada em nipepe, na província de Niassa sob coordenadas definidas pelo “google earth” 14°01'54"S 37°51'18"E (Massango, 2023)	26
Figura 9: Amostra de grafite disponibilizada pelos serviços de laboratório do INAMI	26
Figura 10: Representação esquemática das experiências realizadas durante o trabalho	27
Figura 11: Representação das fracções retidas nas peneiras (da Rosa, 2023).....	28
Figura 12: Série de peneiros	28
Figura 13: Espectrômetro portátil de Fluorescência de raios X	28
Figura 14: Representação esquemática dos equipamentos e matérias usados durante as etapas para a determinação do teor de carbono a) balança analítica, b) mufla, c) dissecador e cadinhos contendo cinzas resultantes do teste	29
Figura 15: Amostra bruta de grafite após a cominuição	30
Figura 16: Etapas para concentração por flotação	32

Índice de tabelas

Tabela 1: Resumo das características das diferentes ocorrências da grafite (Fogg e Boyle, 1987 <i>apud</i> Mitchell, 1993)	14
Tabela 2: Composição em ácidos graxos do óleo de soja (Costa Neto, 1993 <i>apud</i> Lisboa, 2014).....	22
Tabela 3: Teores de cinza e outras impurezas contidas na grafite de diversas origens (Crossley, 2000 <i>apud</i> Sampaio et al., 2008).....	25
Tabela 4: Quantificação dos reagentes para a experiência de flotação	31
Tabela 5: Resultados da flotação usando diversos colectores.....	33
Tabela 6: Resultados do teste por "LOI"	37

Índice de Gráficos

Gráfico 1: Classificação granulométrica da amostra bruta	34
Gráfico 2: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando óleo de soja de fritura.....	35
Gráfico 3: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando querosene	35
Gráfico 4: Caracterização da grafite bruta pelo FRX.....	36
Gráfico 5: Caracterização pelo FRX dos concentrados por diferentes colectores	38
Gráfico 6: Colunas de recuperação mássica e rendimento mineralógico para diferentes colectores	39
Gráfico 7: Comportamento do concentrado a variação da dosagem do colector de óleo residual	40
Gráfico 8: Influência do depressor na colecta usando óleo residual de fritura .	41

Lista de siglas e símbolos

AL ₂ O ₃	Alumina ou Óxido de Alumínio
As	Arsênio
Ba	Bário
C	carbono
CaCO ₃	Carbonato de cálcio
CaO	Óxido de cálcio
cm	Centímetro
Cr	Crômio
Cu	Cobre
D	Diamêtro
DRX	Difratômetro de raios x
Fe	Ferro
Fe ₂ O ₃	Hematita ou óxido de ferro (III)
FRX	Fluorescência de raios x
g	grama
Hz	Hertz
INAMI	Instituto nacional de minas
K	Potássio
K ₂ O	Óxido de potássio
K ₂ Cr ₂ O ₇	Dicromato de potássio
m ³ /h	metro cúbico por hora
MgO	Óxido de magnésio
min	minuto
mm	milímetro

Mn	Manganês
Mo	Molibdénio
Na ₂ O	Óxido de sódio
ND	Não detectado
O	Oxigênio
LOI	Loss On Ignition
Rb	Rubídio
SiO ₂	Sílica ou Dióxido de silício
Pb	Chumbo
pH	Potencial hidrogeniónico
Ppm	Partes por milhão
TiO ₂	Rútilo ou dióxido de titânio
Th	Tório
Tl	Tálio
x _i	fracção mássica
V	Vanádio
Zr	Zircão
Zn	Zinco
μm	micrómetro
%	percentagem
°C	grau celsius

Capítulo 1: Introdução

A grafite é uma das formas mais comuns de ocorrência natural polimórfica do carbono cristalino, a outra sendo o diamante. Possui propriedades físicas e químicas únicas, como a refratariedade, condutividade elétrica, oleosidade, elevada resistência térmica, inércia e é facilmente solúvel em ferro. Apresentando desde modo, tanto propriedades metálicas como não metálicas (Chelgani *et al.*, 2016).

Um dos principais problemas durante o processamento do minério de grafite é a libertação evitando a produção de partículas menores de grafite. Em vários casos, as partículas de ganga estão ligadas a manchas de grafite e requerem separação em camadas, para evitar quebra de manchas maiores (Bulatovic S. M., 2015). As partículas de resíduos ficam também presas aos flocos de grafite produzidos resultando num concentrado de baixo teor.

A grafite pura é naturalmente hidrofóbica ou apolar, devido à baixa energia superficial. Portanto é concentrada pelo método da flotação, em que geralmente usam-se colectores como querosene, óleo de combustível, parafina e gasóleo. Recorrem-se também a espumantes e os depressores (Chelgani *et al.*, 2016).

O consumo humano dos principais óleos vegetais gera um inconveniente na sua não reutilização para fins alimentares, pois durante o processo de fritura, o mesmo sofre reacções químicas modificando sua composição, aumentando a quantidade de ácidos graxos livres e gerando subprodutos das reacções de oxidação. Dessa forma, surge o problema para o descarte desse resíduo, que normalmente é feito de forma inadequada. Tendo em conta a reutilização do óleo cujo destino final seria o descarte, o uso deste como reagente colector para a flotação mostra-se eficaz do ponto de vista económico e ambiental (Cardoso *et al.*, 2015)

1.1. Justificativa

Moçambique tem um grande e diversificado potencial de recursos minerais. As matérias-primas minerais industriais e as mercadorias feitas a partir delas são essenciais para o desenvolvimento económico de qualquer nação. Entretanto, apesar dos recursos minerais industriais significativos, os países em

desenvolvimento continuam a importar estes materiais e produtos prontos para abastecer suas indústrias e directamente as pessoas (Pekkala *et al.*, 2007). As reservas confirmadas de grafite em toda a província de Niassa atingem 50 milhões de toneladas. Estudos recentes indicam que a grafite extraída possui qualidade suficiente para ser utilizado na indústria automóvel e na produção de equipamentos eléctricos (Diario economico, 2024). O limiar para o uso de recursos técnicos rudimentares pode ser elevado porque não foram testados adequadamente para provar que cumpram as especificações industriais exigidas e/ou que as instalações e conhecimentos necessários para realizar a avaliação e o trabalho de teste necessários podem não ser disponíveis (Pekkala *et al.*, 2007).

Apesar de se ter verificado um declínio no uso de grafite em algumas aplicações, como eléctrodos e lubrificantes, em geral espera-se que a procura da grafite cresça significativamente devido ao desenvolvimento de novas aplicações como na produção de automóveis eléctricos, na tecnologia de folhas e membranas, materiais de fundição e eléctrodos relacionados a produção de ferro e aço (Crossley, 2000). Sendo principal estímulo para o estudo do seu beneficiamento, optimização do mesmo na aplicação de diferentes métodos de separação do minério e procura de reagentes ambientalmente amigáveis para substituição de técnicas rudimentares.

1.2. Objectivos

1.2.1. Geral

O presente trabalho tem como objectivo geral processar o minério grafite de Nipepe usando o óleo de fritura como colector em alternativa aos reforçadores de carga como o óleo diesel e querosene.

1.2.2. Específicos

Para a satisfação do objectivo geral, é necessário passar pelos seguintes pontos:

- Classificar granulometricamente o minério da grafite;
- Determinar o teor de carbono e as impurezas elementares presentes na amostra bruta da grafite e seus concentrados;
- Concentrar o minério da grafite comparando o rendimento dos colectores não iónicos e o óleo residual;
- Determinar a influência da variação da dosagem do óleo de fritura.

1.3. Estrutura do trabalho

O presente trabalho encontra-se dividido ou estruturado em forma de capítulos, definidos da seguinte maneira:

- ❖ Capítulo 1: Introdução, onde é apresentado o contexto, a justificativa do trabalho e são também definidos os seus objetivos (geral e específicos);
- ❖ Capítulo 2: Revisão Bibliográfica, onde são expostos os pressupostos teóricos para a satisfação dos objetivos;
- ❖ Capítulo 3: Metodologia, onde se encontram a pesquisa bibliográfica, aquisição da matéria-prima usada e a realização das experiências que constituem as etapas para o alcance dos objetivos;
- ❖ Capítulo 4: Análise e Discussão dos resultados, constitui a apresentação e/ou exposição dos resultados das experiências previamente realizadas;
- ❖ Capítulo 5: Conclusões e Recomendações, onde a análise dos resultados é culminada e sugestões com base nelas são expostas.

Capítulo 2: Revisão Bibliográfica

2.1. Grafite

O carbono elementar existe em três formas alotrópicas na natureza – carbono amorfo, grafite e diamante, as quais são empregadas industrialmente. Em geral, o carbono é quimicamente inerte e infusível à pressão atmosférica. As três formas do carbono (vegetal, grafite e diamante) distinguem-se por meio de testes químicos e físicos. A densidade do carvão vegetal varia de 1,3 a 1,9. A densidade do cristal (sistema hexagonal) da grafite varia entre 2,1 a 2,3 g/cm³ e do diamante 3,5 g/cm³. A dureza Moh da grafite varia de 1 a 2,9, a do diamante é 10 (Sampaio *et al.*, 2008).

A grafite natural raramente é encontrada na forma pura, sempre há uma parcela de impurezas na sua composição. Encontra-se nas formas: laminada, agregada em flocos (“flakes”) e disseminada em rochas xistosas. O mineral também ocorre em veios e exibe uma estrutura folheada ou fibrosa.

A grafite é um mineral preto lustroso, cristalino no sistema hexagonal e com simetria romboédrica. 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. Todos esses tipos de grafite são identificados por meio de características físicas e químicas, cujas propriedades básicas são: maleabilidade, absorvência, inércia química, elevadas condutividades térmica e elétrica, inclusive excelentes propriedades refratárias, dentre outras (Sampaio *et al.*, 2008).

2.2. Classificação da Grafite

O mineral pode ser classificado em três tipos comerciais: grafite em flocos, em veio cristalino e amorfa, subdivididos em vários “graus” baseando-se no teor de carbono, tamanho da partícula e tipos de impurezas (Sampaio *et al.*, 2008).

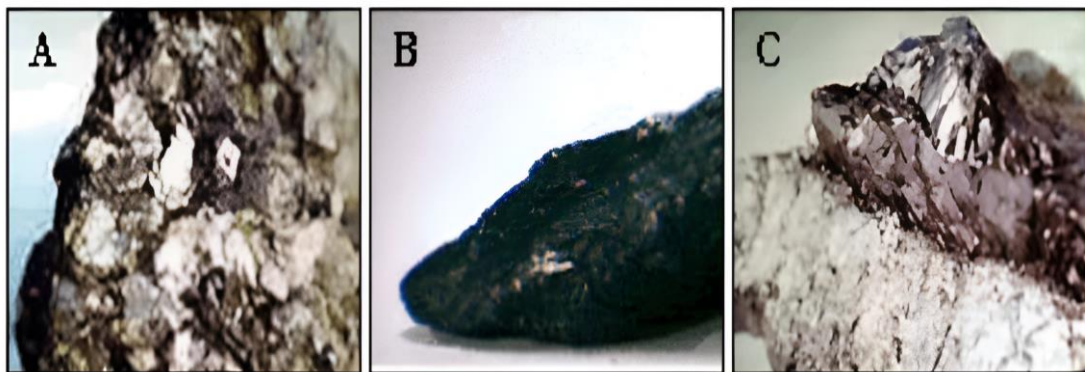


Figura 1: Amostras de grafite em flocos (A), grafite de veio cristalino (B) e grafite amorfa (C) (Sampaio *et al.*, 2008)

2.2.1. Grafite em flocos

A concentração de carbono no minério pode variar entre 5 e 40%. No entanto, esse teor pode ainda variar o suficiente para, meramente, colorir a rocha, como acontece com os veios existentes nos mármore. As impurezas são, usualmente, minerais comuns de rochas metassedimentares, tais como: quartzo, feldspato, mica, anfibólio e granada, calcita e ferro. Todos possuem facilidade de remoção, desde que não seja necessária uma moagem muito fina do minério. Trata-se da grafite mais lavrada no mundo e geralmente, possui melhor condutividade e resistência à corrosão que a grafite amorfa (Sampaio *et al.*, 2008).

Os depósitos disseminados de grafite em flocos são comumente encontrados em rochas siliciosas metamorfoseadas regionalmente. Os depósitos de grafite em flocos são geralmente ligados a estratos e a grafite está confinada a uma zona específica dentro da rocha hospedeira. Depósitos de flocos são encontrados em vários países (ou seja, Áustria, Canadá, China) sendo o tamanho e a forma destes variáveis (Bulatovic S. M., 2015).

2.2.2. Grafite amorfa

O termo amorfo é uma designação incorreta, uma vez que se trata de um material com uma estrutura verdadeiramente microcristalina. Seu baixo índice de cristalização, em partículas muito pequenas, é responsável pela sua aparência amorfa, todavia trata-se de uma substância altamente cristalina, visível apenas ao microscópio. Essa forma é menos pura que a grafite cristalina. A grafite amorfa possui também, caracteristicamente, uma aparência preta

terrosa e macia ao tato. Ela pode ser encontrada com teor de carbono que varia entre 75 e 90%, e seu tamanho pode variar desde 75 µm até 5 µm (Sampaio *et al.*, 2008).

Os depósitos de grafite amorfa (microcristalina) são compostos por margens ou metassedimentos de bacia intercratônica contendo camadas de carvão ou outros leitos sedimentares carbonáceos. As rochas hospedeiras são comumente quartzitos, filitos e conglomerados. A qualidade da grafite obtida a partir destes depósitos depende das características dos sedimentos carbonáceos originais e da extensão de grafitização (Bulatovic S. M., 2015).

2.2.3. Grafite em veio cristalino

Esta é a única forma natural do carbono, também chamada de “lump” ou grafite altamente cristalina, encontrada em veios cristalinos bem definidos ou acumulada em pacotes ao longo dos contactos intrusivos entre pegmatitos e calcário. Essa forma exibe uma morfologia acicular com cristais orientados perpendicularmente à rocha encaixante (Sampaio *et al.*, 2008).

Depósitos de veios de grafite são encontrados em áreas regionalmente metamorfoseadas, geralmente em rochas da fácies granito e/ou charnockita. Eles podem ser encontrados associados a depósitos disseminados de flocos de grafite e são hospedados por xisto, quartzito e mármore. Graníticas, rochas intrusivas e pegmatitos podem estar associados aos veios de grafite. Depósitos constituídos por grafite, quartzo, feldspato, calcita, granada e sulfetos são os veios formado dentro de fraturas abertas por dobramento e falha (Bulatovic S. M., 2015).

Na tabela 1 estão apresentadas de forma resumida as principais características das formas de grafite anteriormente discutidas, tais como o grau do produto, os seus principais usos e os seus grandes produtores.

Tabela 1: Resumo das características das diferentes ocorrências da grafite (Fogg e Boyle, 1987 *apud* Mitchell, 1993)

	Floco	Veio	Amorfo
Descrição	Flocos cristalinos; grossos (> 150µm); finos (< 150µm)	Cristais grossos (> 4 cm)	Microcristalino (<70µm)
Origem	Singenético; metamorfismo regional	Epigenético, metamorfismo	Singenético; metamorfismo regional e/ou de contacto
Minério	5-40% Grafite; estratificado, tabular ou lentes	>98% Grafite; veios e fraturas	Costuras, muitas vezes dobradas e com falhas
Teor da grafite	75-97% Grafite	98-99,9% Grafite	60-90% Grafite
Principais usos	Refratários, lonas de freio, lubrificantes e baterias	Escovas de carvão, lonas de freio e lubrificantes	Refratários, siderurgia, tintas e baterias
Grandes produtores	China, Brasil, Índia, Madagáscar, Alemanha, Noruega, Canadá e Zimbabuê	Sri Lanka	China, Coréia do sul, Checoslováquia, Áustria e Coréia do norte

2.3. Processamento da Grafite

A grafite é relativamente fácil de separar da rocha hospedeira, embora seja mais difícil produzir elevados teores de carbono fixado (90% e acima), e os produtores processam a sua grafite várias vezes para eliminar impurezas. A grafite com teores muito elevados de carbono (96-99%) deve ser tratada quimicamente e termicamente para reduzir o nível de impurezas (Mitchell, 1993).

Geralmente, o beneficiamento da grafite é conseguido através de uma combinação de várias etapas tais como a cominuição, flotação, lixiviação e outros métodos (como a separação por gravidade) (Chelgani *et al.*, 2016).

A determinação do tamanho do floco indicará a fracção granulométrica no qual a grafite pode se libertar da rocha hospedeira. Isto é importante porque irá minimizar a quantidade de britagem e moagem necessária antes da separação. Flocos na faixa de tamanho de 250 μm a 1 mm comandarão os preços mais altos, com flocos finos de grafite (até 125 μm) oferecendo também alguma demanda. Um excesso de finos de grafite reduzirá o tamanho do floco e, portanto, o valor do produto final. Também a grafite fina irá revestir outros minerais, que podem então actuar como grafite durante a flotação por espuma e serem recuperados junto do concentrado de grafite - reduzindo assim o teor do produto. A mica ocorrerá frequentemente intercalada com grafite que pode ser difícil de remover durante a preparação. O Material fino (como argila e solo laterítico) pode também revestir a grafite tornando complicado o seu processamento (Mitchell, 1993).

2.3.1. Cominuição

No processo de cominuição, o minério da grafite é reduzido de forma a libertar os contaminantes que são presos na rocha para permitir uma moagem mais eficaz, com a ajuda da trituração, a partícula do produto é trazida para a faixa de tamanho desejável (Vasumathi *et al.*, 2023).

A moagem convencional liberta a grafite, mas também produz partículas finas, como solução utiliza-se um moinho de bolas com meio de moagem de seixo de sílex (Bulatovic, 2015). Este, a uma velocidade moderada, é o sugerido para o tratamento do minério em estudo. A delaminação, quando usada como forma de reafiação, pode tornar o floco de grafite grosso com até 98% de carbono fixo. Foi descoberto que a fresagem por atrito funciona bem para gerar flocos de grafite de tamanhos menores enquanto causa menor quantidade e degradação da forma (Vasumathi *et al.*, 2023).

2.3.2. Peneiração

Entende-se por peneiramento, a separação de um material em duas ou mais classes, estando estas limitadas uma superior e outra inferiormente. O peneiramento pode ser a seco ou a húmido, sendo a principal diferença que na húmida adiciona-se água ao material a ser peneirado com o propósito de facilitar a passagem dos finos através da tela de peneiramento. A determinação das faixas de tamanho das partículas é feita por meio de uma série de aberturas de peneiras que mantêm entre si uma relação constante (Carrisso & Correia, 2004).

A fracção que passa pela peneira constitui material fino e a que fica retida constitui o material grosso. A abertura da peneira chama-se diâmetro de corte. Uma peneira da origem a duas fracções não classificadas mas um conjunto de peneiras pode fornecer o número desejado de fracções classificadas, isto é, que satisfaçam as especificações de tamanho máximo e mínimo das partículas (Gomide, 1980).

Independentemente da técnica de medida do tamanho da partícula, a distribuição estatística de tamanhos ou granulometria é expressa em função da frequência relativa que detem um certo diâmetro (Cremasco, 2012). Sob a forma gráfica, são apresentados nas figuras 2 e 3, representando respectivamente a análise diferencial e a análise acumulada das fracções retidas e passantes.

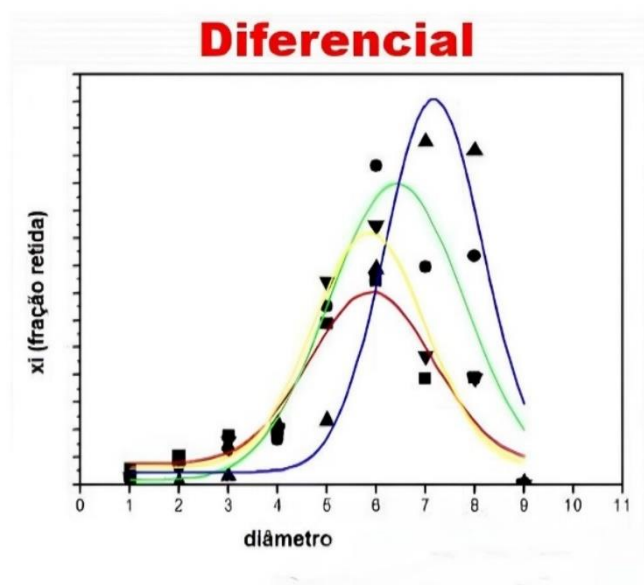


Figura 2: Curvas diferenciais (da Rosa, 2023)

As curvas da figura 2 dão uma ideia da distribuição de tamanho das partículas nas diversas amostras (representadas pelas diferentes cores das curvas). Indicam, entre outras características dos materiais, o intervalo de variação dos diâmetros, bem como as dimensões predominantes nas amostras. Um pico acentuado na curva caracteriza a predominância de determinado tamanho de partícula.

A figura 3 representa a análise granulométrica acumulada dos retidos e das passantes sob a forma de uma curva contínua onde dão uma indicação da distribuição das partículas na amostra.

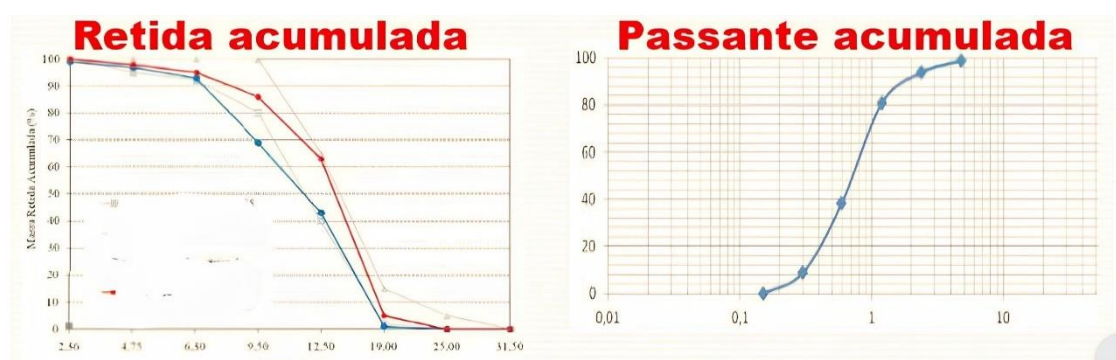


Figura 3: Curvas cumulativas (da Rosa, 2023)

O exame das fracções de tamanho por microscópio binocular indica que se o tamanho de liberação correcto foi escolhido, essencialmente todos os flocos de grafite estarão livres da rocha hospedeira. Se uma grande proporção de grafite continuar presa na rocha hospedeira, então as tentativas de separação produzirão resultados não desejados e as fracções de tamanho maior devem ser mais uma vez moídas. Se isso for necessário, o próximo maior diâmetro da peneira é usado como o novo tamanho de liberação. Por exemplo, se o tamanho de liberação original escolhido foi 2 mm, então 1 mm é seleccionado como o novo tamanho de liberação (e assim por diante as séries de peneiras 2 mm, 1 mm, 500 μ m, 250 μ m e 125 μ m). O processo de moagem e exame microscópico é repetido até que o tamanho correto da liberação é alcançado (Mitchell, 1993).

2.3.3. Concentração

A grafite é geralmente concentrada a partir da rocha britada por flotação em espuma. A flotação em espuma é uma das mais económicas, energeticamente

eficientes e confiáveis técnicas de beneficiamento de grafite. Os estudos indicam que a flotação em espuma supera a lixiviação ácida (tendo em conta as considerações ambientais) pode produzir amostras de grafite com alta pureza e teor de carbono fixo de até 98% (Vasumathi *et al.*, 2023).

2.3.3.1. Flotação

Historicamente a grafite, foi o primeiro minério a ser concentrado por flotação. A grafite é um mineral naturalmente hidrofóbica e flutua com pouco encorajamento. Apesar de sua flutuabilidade natural, a separação do feldspato, quartzo, mica e ganga carbonática são normalmente melhorados pela adição de reagentes como querosene (que reveste a grafite) e óleo de pinho (que estabiliza a espuma). A seletividade pode ser melhorada por ajuste do pH com soda cáustica para a faixa de 7,5 - 8,5 (Crozier, 1990 *apud* Mitchell, 1993)

A flotação (“froth flotation”) é um processo separação entre espécies minerais, é dada pela capacidade de suas partículas aderirem (ou aderirem a si) a bolhas de gás (geralmente ar), sendo realizada numa suspensão em água (polpa). Onde as partículas que se desejam flotar são levadas, tomando um rumo ascendente. Se uma partícula consegue capturar um número suficiente de bolhas, a densidade do conjunto partícula-bolhas torna-se menor que a do fluido e o conjunto se desloca verticalmente para a superfície, onde fica retido e é separado numa espuma, enquanto as partículas das demais espécies minerais mantêm inalterada a sua rota (Chaves *et al.*, 2010).

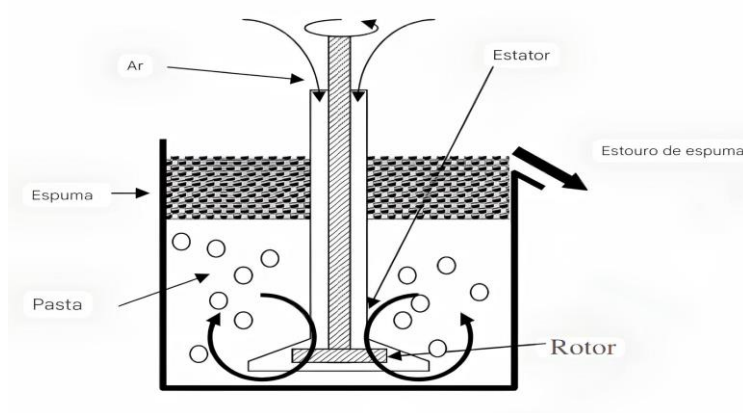


Figura 4: Representação esquemática de uma célula de flotação (Kawatra, 2011).

A colisão partícula/bolha é afetada pelos tamanhos relativos das partículas. Se as bolhas forem grandes em relação às partículas, então o fluido fluindo ao redor das bolhas pode varrer as partículas sem entrar em contacto. Portanto, é melhor se o diâmetro da bolha for comparável ao diâmetro da partícula para garantir um bom contacto partícula/bolha (Kawatra, 2011).

A propriedade de determinadas espécies minerais capturarem bolhas de ar no seio da polpa é designada por hidrofobicidade, e exprime a tendência dessa espécie mineral ter maior afinidade pela fase gasosa que pela fase líquida. Quanto mais hidrofóbico for um mineral, maior será sua repelência por água e maior sua afinidade por substâncias apolares ou lipofílicas, como o ar atmosférico e substâncias graxas (Leja, 1982 *apud* Chaves *et al*, 2010).

2.3.3.2. Colectores

Os colectores são surfactantes que têm uma estrutura típica composta por uma parte de natureza molecular (não iônica) e outra de natureza polar (iônica). A parte polar pode apresentar diversas funções e a parte molecular é sempre uma cadeia orgânica, de comprimento variável, podendo ser linear, ramificada e até mesmo cíclica. Em solução, os coletores têm a sua parte polar ionizada. A parte molecular (não polar) não é ionizável, devido às características elétricas das ligações covalentes está possui mais afinidade pela fase gasosa que pela líquida. Havendo no sistema uma interface sólido-gás (a interface das bolhas de ar sopradas para dentro da célula), a molécula do colector tenderá a se posicionar nessa interface, orientada de modo que a sua parte não polar esteja em contacto com o gás e a porção iônica em contacto com a água (Chaves *et al*, 2010).

A Figura 5 ilustra o contacto bolha de ar/superfície do mineral, em um sistema com presença e ausência de um colector. Verifica-se que, no sistema com ausência de colector, as bolhas de ar formam um ângulo de contacto (θ) pequeno com a superfície do mineral, não ocorrendo uma adsorção significativa. No sistema com a presença de um agente colector, forma-se um ângulo de contacto

significativo (θ), favorecendo as condições para que ocorra a flotação do mineral (DOW, 1981 *apud* Chaves *et al.*, 2010).

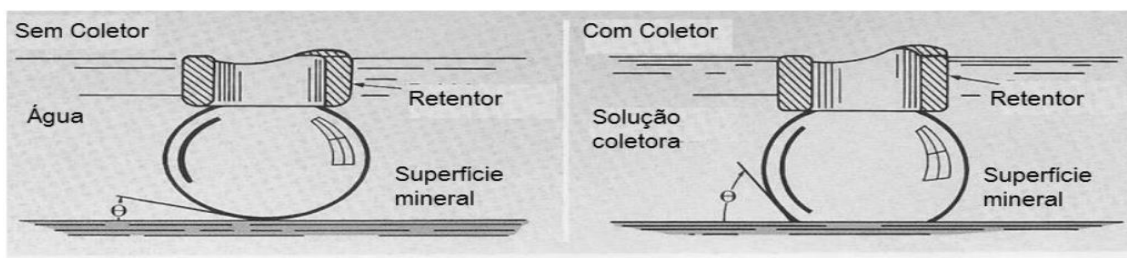


Figura 5: Contacto bolha de ar/superfície do mineral em um sistema com e sem coletor (Chaves *et al.*, 2010)

Os colectores são distinguidos em função da sua carga iônica, podendo ser aniônicos ou/e catiónicos, conforme a carga elétrica do grupo polar, resultante da ionização da molécula. Existem, ainda, alguns reagentes reforçadores de colecta, classificados erroneamente como coletores não ionizáveis, sendo constituídos, em sua maioria, por hidrocarbonetos líquidos.

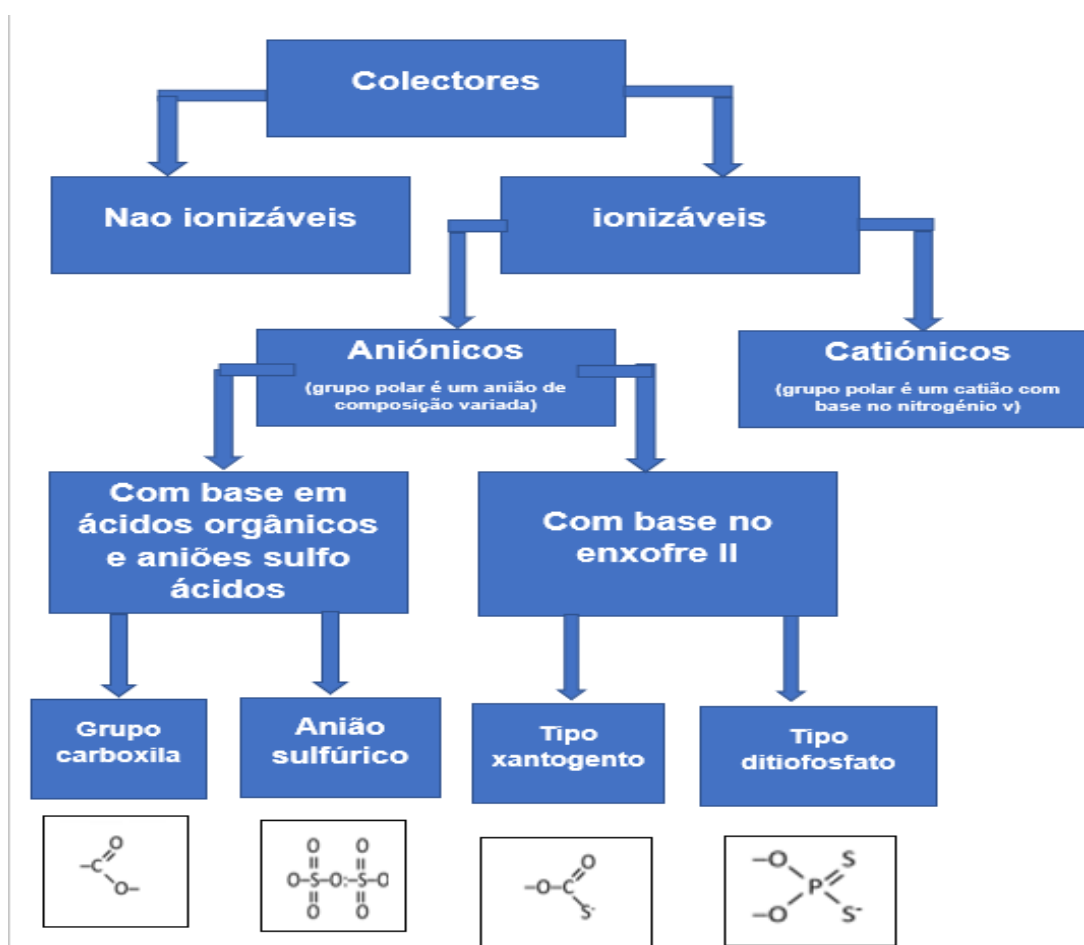


Figura 6: Classificação dos colectores (Chaves *et al.*, 2010)

Certos minerais, como grafite, enxofre nativo, molibdenita, talco e carvões betuminosos são naturalmente hidrofóbicos. Os reagentes utilizados nestes casos são óleos minerais e derivados da destilação do carvão ou, então, simplesmente meros espumantes (Chaves *et al.*, 2010).

Os hidrocarbonetos líquidos são perigosos para o meio ambiente, e, portanto, seu uso é desencorajado. Novas pesquisas para recursos de flotação ambientalmente agradáveis, demonstram que o óleo vegetal (como óleo de soja) e biossurfactantes produzidos por microrganismos que podem ser potenciais substituiu-os para colectores atuais (Vasumathi *et al.*, 2023).

2.3.3.2.1. Óleos de fritura residual

Óleos vegetais são compostos, essencialmente, por produtos da condensação entre glicerol e ácidos graxos, chamados triglicerídeos ou triacilgliceróis, além de outros constituintes como fosfatídios, álcoois, ácidos graxos livres, etc., em pequenas quantidades.

Para conseguir a quebra da molécula de um triglicerídeo em seus ácidos graxos, é necessário o tratamento com soluções alcalinas, reacção esta chamada de hidrólise alcalina ou saponificação. A reacção tem como resultado a liberação do glicerol e a formação de sais de ácidos graxos. O sal (sabão) formado apresenta-se solúvel em água, podendo então ser utilizado como reagente colector na flotação (Cardoso *et al.*, 2015).

Conforme a espécie de oleaginosa, as variações na composição química do óleo vegetal são expressas por variações na relação molar entre os diferentes ácidos graxos presentes na estrutura. No óleo de soja são apresentados na Tabela 2 (Costa Neto, 1993 *apud* Lisboa, 2014).

Durante o processo de fritura, os óleos estão expostos à acção de agentes que contribuem para diminuir sua qualidade e modificar sua estrutura. A humidade proveniente dos alimentos é responsável pela alteração hidrolítica, o oxigénio do ar possibilita a rancidez oxidativa e a elevada temperatura em que ocorre a operação, provoca a degradação térmica. O mecanismo das reacções termoxidativas e hidrolíticas de um óleo usado para fritura é complexo, pois

depende de uma série de fatores, tais como tipo de óleo, tempo e temperatura de fritura, relação superfície/volume do óleo, tipo de aquecimento e natureza do alimento a ser frito. A degradação durante um processo de fritura será tanto maior, quanto mais prolongado for o período de utilização do óleo e quanto maior for sua insaturação (Jorge *et al.*, 2005 *apud* Oliveira *et al.*, 2008).

Tabela 2: Composição em ácidos graxos do óleo de soja (Costa Neto, 1993 *apud* Lisboa, 2014)

Nº átomos de carbono	Ácidos graxos	Concentração (%)
C12:0	Láurico	0,1 (máx.)
C14:0	Mirístico	0,2 (máx.)
C16:0	Palmítico	9,9 - 12,2
C16:1 (9)	Palmítolêico	traços - 0,2
C18:0	Estereático	3 - 5,4
C18:1 (9)	Oleico	17,7 – 26
C18:2 (9,12)	Linoleico	49,7 - 56,9
C18:3 (9,12,15)	Linolênico	5,5 - 9,5
C20:0	Araquídico	0,2 - 0,5
C20:1 (5)	Gadolêico	0,1 - 0,3
C22:0	Behênico	0,3 - 0,7
C22:1	Erúcico	0,3 (máx.)
C24:0	Lignocêrico	0,4 (máx.)

O óleo de fritura residual é proveniente do consumo de óleos vegetais comestíveis virgens e refinados. Após esse consumo, são basicamente dois os possíveis destinos para o óleo residual de fritura: (1) esgoto sanitário, causando a poluição da água e onerando seu tratamento e (2) processadores que transformam o resíduo em um novo produto (Guabiroba & D'Agosto, 2011), como contribuição para a segunda rota apresenta-se a alternativa para o uso como colectores no beneficiamento da grafite.

2.3.3.3. Espumantes

São compostos tenso-ativos heteropolares, não ionizáveis, que contêm um grupo polar (OH; COOH; C=O; OSO₂; e SO₂OH) e uma cadeia hidrocarbônica, capazes de se adsorverem na interface água/ar. Sua função principal na flotação é reduzir a tensão superficial na interface água/ar, aumentando a resistência das bolhas, tornando-as mais dispersas e estáveis, melhorando as condições para colecta das partículas de mineral hidrofobizado (Bulatovic S. , 2007).

Os espumantes utilizados na flotação são compostos orgânicos heteropolares com estrutura parecida com a dos colectores. A diferença reside no carácter funcional do grupo polar: o radical dos colectores é quimicamente ativo e capaz, em princípio, de interagir elétrica ou quimicamente com a superfície do mineral a ser colectado. Já os espumantes têm um radical lipofílico de grande afinidade pela água. Esta diferença funcional determina o comportamento dos dois grupos de reagentes: enquanto os colectores tendem a migrar para a interface sólido-gás, os espumantes se dirigem para a interface líquido-gás.

2.3.3.4. Depressores

São sais metálicos utilizados para deprimir as espécies minerais presentes e, assim, tornar a colecta seletiva. O mecanismo da sua atuação depende, principalmente, do controle do potencial eletrocinético (potencial zeta) da superfície do mineral (Chaves *et al.*, 2010).

Os depressores são compostos orgânicos ou inorgânicos e que são adicionados em condicionadores, antes da adição dos colectores. Os principais depressores inorgânicos são: silicato de sódio, sulfeto de sódio, dicromato de potássio, cianeto de sódio. Também são muito usados colóides orgânicos, tais como amido, dextrina, tanino, quebracho e lignino-sulfonato (Chaves *et al.*, 2010).

2.3.4. Caracterização mineralógica

A caracterização mineralógica de rochas portadoras de grafite com potencial econômico deve ter como objetivo principal determinar o conteúdo de carbono grafítico e o tamanho do floco de grafite. Essas duas propriedades determinarão

o valor econômico da grafite. A caracterização mineralógica também fornece a base para o planejamento de ensaios de beneficiamento de laboratório.

A determinação do teor de carbono da rocha portadora de grafite é geralmente realizada por um teste simples denominado perda por ignição (“Loss On Ignition” ou “LOI”). O teor de grafite é determinado como a percentagem da perda de peso de uma amostra aquecida com admissão do ar a 1000 °C. A “LOI” deve ser realizado em amostras duplicadas para monitorar a precisão da análise (Mitchell, 1993).

A “LOI” é uma técnica muito simples e rápida para ensaio da grafite sendo útil na avaliação preliminar de amostras brutas do campo, bem como no monitoramento de produtos de grafite de quaisquer ensaios de beneficiamento subsequentes. Grandes pesos de amostra usados neste teste garantem que o erro de amostragem seja mantido no mínimo. Embora potencialmente forneça dados mais detalhados dependentes da temperatura, a termogravimetria requer muito mais equipamento sofisticado e tende a ser mais propenso a erros de amostragem devido ao pequeno peso de amostra exigido pela termobalança. É muito difícil obter uma pequena subamostra de material contendo grafite em flocos que seja verdadeiramente representativa (Mitchell, 1993).

A Fig. 7 mostra o comportamento de decomposição térmica dos materiais baseado em análise termogravimétrica. Aqui, a perda de peso das amostras é principalmente atribuída à reação do carbono com o oxigênio, levando à liberação de CO₂ (Jara *et al.*, 2020).

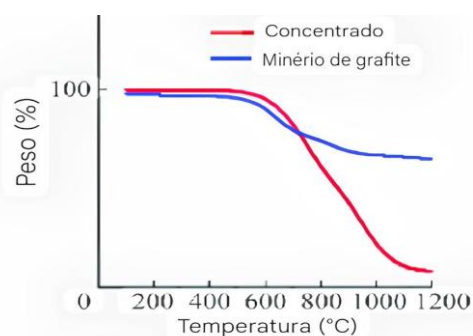


Figura 7: Perda do peso do concentrado e do minério bruto (Jara *et al.*, 2020)

Daí a linha vermelha (amostra concentrada) na Fig. Mostra uma perda dramática de peso de até 94% a ~ 550 – 1100 °C. Porém, no caso do minério de grafite

(linha azul na Fig. 7), a decomposição é relativamente pequena devido à presença de calcita e outras impurezas (Jara *et al.*, 2020).

Um forno é usado para determinar o teor de cinzas. Num ambiente oxidante, a grafite decompõe-se lentamente a 600°C, mas pode suportar 3650°C num ambiente não oxidante e é particularmente forte contra choques térmicos. A percentagem de teor de cinzas que atende aos requisitos da especificação tem o valor <2%. Observa-se uma mudança na cor da grafite do preto metálico para o marrom, isso ocorre porque a grafite terá oxidado (Kaitano & Mudono, 2023).

É necessário realizar uma análise química das cinzas produzidas pelos testes LOI, indicará se estão presentes óxidos indesejáveis. Estes incluem elementos principais como SiO₂, Al₂O₃, MgO, CaO e Fe₂O₃ (Kaitano & Mudono, 2023).

A espectrometria por fluorescência de raios-X (FRX) é uma técnica de análise elementar através da indução e transições eletrônica entre os orbitais mais internos dos átomos utilizando radiações eletromagnéticas de energia adequada (raio-X e raios gama). Essas transições podem resultar na emissão de radiações X, esta energia envolvida na absorção é uma característica específica de cada elemento químico, permitindo a sua identificação e correspondente quantificação (Dutra, 1984).

Tabela 3: Teores de cinza e outras impurezas contidas na grafite de diversas origens (Crossley, 2000 *apud* Sampaio *et al.*, 2008).

Compostos	Origens(%)					
	Madagascar	Mexico	India	China	Noruega	Canada
Cinza	12	3.8	11.8	16.9	8.8	23.5
SiO ₂	44.6	51	56	49.7	56.7	64.8
Al ₂ O ₃	32.8	14.5	20.3	19.7	15.6	13.9
Fe ₂ O ₃	18.8	29.5	14.9	19.2	10.5	12.3
TiO ₂	0.5	0.7	1.1	1.6	1.1	0.4
CaO	0.2	1.5	1.5	1.9	3.5	3.7
MgO	2.3	1.5	3	4.2	6.1	1.4
K ₂ O	0.7	0.7	2	2.6	2.4	2
Na ₂ O	0.1	0.6	0.5	0.7	3.5	0.6

Capítulo 3: Metodologia

3.1. Pesquisa bibliográfica

A sustentação teórica para a realização do trabalho foi realizada por meio de pesquisas bibliográficas em artigos científicos, livros didáticos, manuais de apoio disponíveis na internet e/ou em bibliotecas físicas.

3.2. Obtenção das matérias-primas

A amostra da grafite estudada no presente trabalho foi obtida em Nipepe, província de Niassa. E foi disponibilizada pelos serviços de laboratório do INAMI, é na figura 9 apresentada o aspecto da mesma antes de qualquer processamento para satisfação dos objectivos do presente trabalho.



Figura 8: Mina de grafite localizada em nipepe, na província de Niassa sob coordenadas definidas pelo “google earth” 14°01'54"S 37°51'18"E (Massango, 2023)



Figura 9: Amostra de grafite disponibilizada pelos serviços de laboratório do INAMI

Os óleos de fritura usados como colectores para flotação são resíduos obtidos em um restaurante localizado no bairro Magoanine, depois de 3 dias de seu uso para fritura de batatas, e é no presente trabalho designado “óleo de soja de fritura” (em referência a sua espécie de oleaginosa), e também em domicílio

usado para mesma finalidade, diferenciando-se na sua espécie de oleaginosa sendo portanto designado, “óleo de girassol de fritura”.

3.3. Experiências realizadas

Com o propósito de satisfazer os objectivos deste trabalho foram realizadas experiências segundo a representação esquemática da figura 10, onde a caracterização mineralógica é dividida em duas partes, nomeadamente a caracterização elementar por FRX para determinação das impurezas presentes no minério e a determinação do teor de carbono pelo teste de perda por ignição. Esta caracterização é realizada antes e depois do beneficiamento do minério.

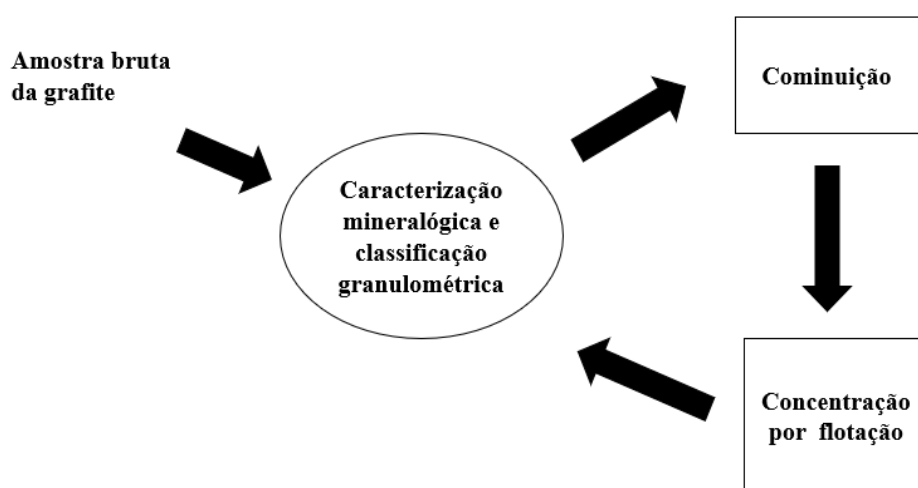


Figura 10: Representação esquemática das experiências realizadas durante o trabalho

3.3.1. Classificação granulométrica

A classificação granulométrica da amostra bruta e do concentrado do minério da grafite é antecedida pela homogeneização e o quarteamento da matéria-prima em questão, para a sua uniformização e divisão em quatro partes iguais e permitindo assim uma seleção com maior representatividade da amostra. Esta amostra selecionada, é devidamente quantificada e em seguida depositada no topo de uma série de peneiras vibratórias apresentada na fig. 12 por 5 min, onde

é classificada de acordo com o diâmetro medio das aberturas em cada destes peneiros.

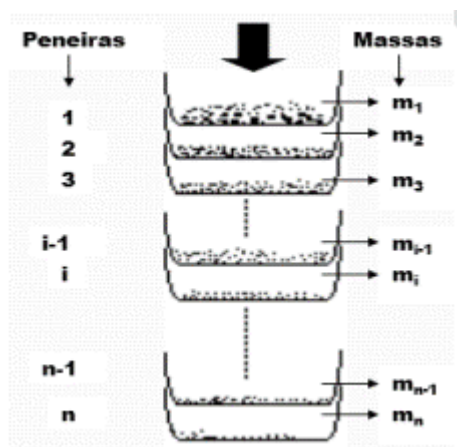


Figura 11: Representação das fracções retidas nas peneiras (da Rosa, 2023)



Figura 12: Série de peneiros

3.3.2. Determinação da composição elementar das impurezas da grafite

Para determinação do teor das impurezas presentes na grafite é usado o espectrômetro portátil de fluorescência de raios X (apresentado na figura 13) que oferece desempenho necessário para identificação elementar para uma ampla variedade de materiais (metais sólidos e em pó, polímeros, madeira, soluções, solo, minérios, minerais etc.). Pode ser manuseado *in situ* permitindo uma aproximação adequada do objecto a analisar, possuindo uma grande tela sensível ao toque e interface de usuário baseada em ícones.



Figura 13: Espectrômetro portátil de Fluorescência de raios X

3.3.3. Determinação do teor de carbono

Para a realização do objectivo acima mencionado seguem-se as etapas:

1. Seque a 105 °C e pese com precisão (até 4 casas decimais) 1 g de amostra moída (<500 µm) e coloque em cadinho de sílica;
2. Aqueça no forno a 900 °C por 2 horas para oxidar completamente a grafite. Resfrie em um dessecador e pese;
3. Calcule o conteúdo de carbono e das cinzas da grafite a partir das seguintes equações (Jara et al., 2020):

$$\% \text{ cinzas} = \frac{900^{\circ}\text{C Peso}}{105^{\circ}\text{C Peso}} \times 100\%$$

$$\% \text{ carbono grafítico} = \frac{105^{\circ}\text{C Peso} - 900^{\circ}\text{C Peso}}{105^{\circ}\text{C Peso}} \times 100\%$$

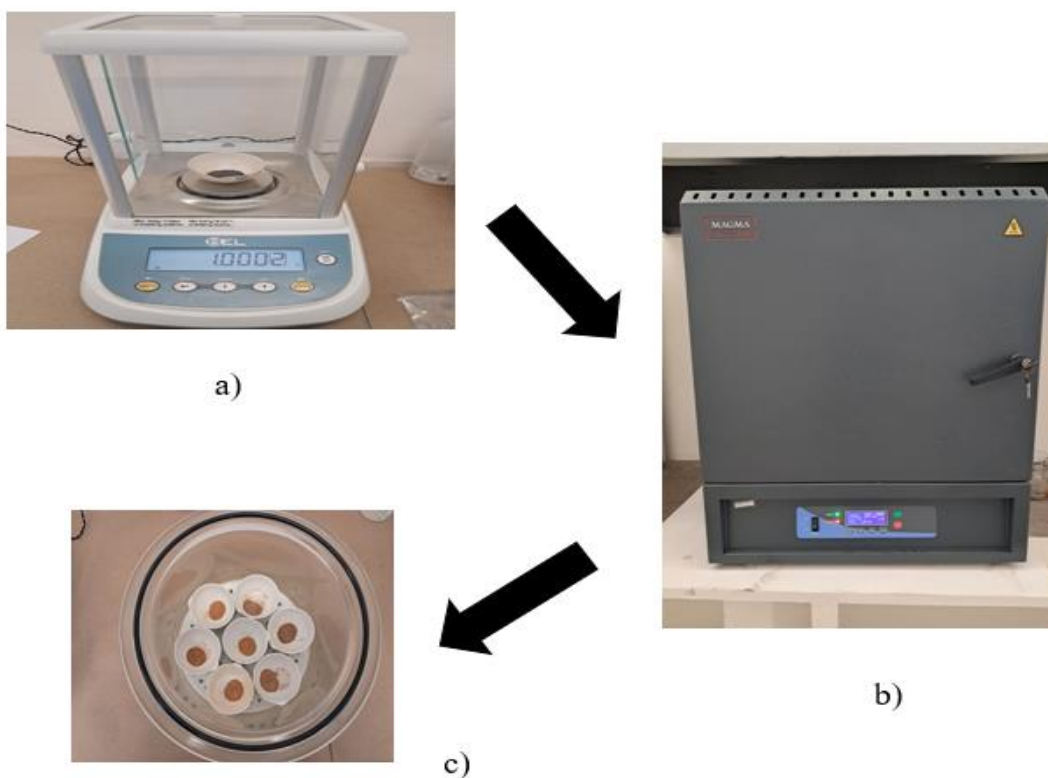


Figura 14: Representação esquemática dos equipamentos e matérias usados durante as etapas para a determinação do teor de carbono a) balança analítica, b) mufla, c) dessecador e cadinhos contendo cinzas resultantes do teste

3.3.4. Concentração por flotação

Como processo anterior a flotação, é realizada a cominuição com objectivo de reduzir o tamanho do mineral, facilitando a sua libertação. Onde a amostra bruta representativa é moída usando um rolo de madeira sob uma superfície de papel caqui, pois não havendo meio de moagem constituído por seixos de sílex, a fricção por meio do rolo constitui maneira de libertar o minério sem a produção de partículas demasiado finas.



Figura 15: Amostra bruta de grafite após a cominuição

De seguida é realizada a experiência da flotação onde são usados os seguintes reagentes:

- Como colectores: óleo diesel, querosene e óleos de fritura;
- Como depressor: dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$).

A diversidade dos colectores usados permite a comparação do óleo de fritura em relação aos colectores não iónicos, sendo o principal objectivo do trabalho. As quantidades e/ou proporções usadas são apresentadas na tabela 4, onde a alimentação representa amostra de grafite bruta provinda da cominuição, contendo uma granulometria(<2mm):

Tabela 4: Quantificação dos reagentes para a experiência de flotação

Experiência	Alimentação (g)	Depressor (g)	Óleo diesel (g)	Querosene (g)	Óleo de soja de fritura (g)	Óleo de girassol de fritura (g)
1	1000	0.025	0.150	---	---	---
2	1000	0.025	---	0.150	---	---
3	1000	0.025	---	---	---	0.150
4	1000	0.025	---	---	0.150	---
5	1000	0.025	---	---	0.300	---
6	1000	0.025	---	---	0.450	---
7	1000	0.25	---	---	0.150	---

Para realização da concentração da amostra do minério na célula de flotação são observadas passagens ou etapas, a figura 14 apresenta o aspecto da polpa após cada uma delas. A alimentação é depositada no recipiente da célula de flotação onde o volume em falta é ocupado pela água (4l), sendo assim ambos misturados. Notando-se na primeira imagem da figura referida como a grafite é naturalmente hidrofóbica, a primeira seta representa o início da agitação da polpa, realizada durante 2 min numa frequência de 1000 Hz do rotor. Mantendo o processo de agitação, é adicionado o depressor (dicromato de potássio) que é condicionado por dois minutos, no final deste intervalo é depois adicionado o coletor nas mesmas condições de operação. Tendo o intervalo terminado é permitida a entrada de ar a 2 m³/h e a espuma surge, dando procedimento para a seta 3, onde a polpa é coletada em uma bandeja limpa, escavando-a com uma colher. Depois de retirar a espuma, a polpa foi agitada durante um minuto e o ar entrou nela novamente, mais espuma foi formada e retirada, continuado até que a espuma não fosse mais observada ou formada novamente.

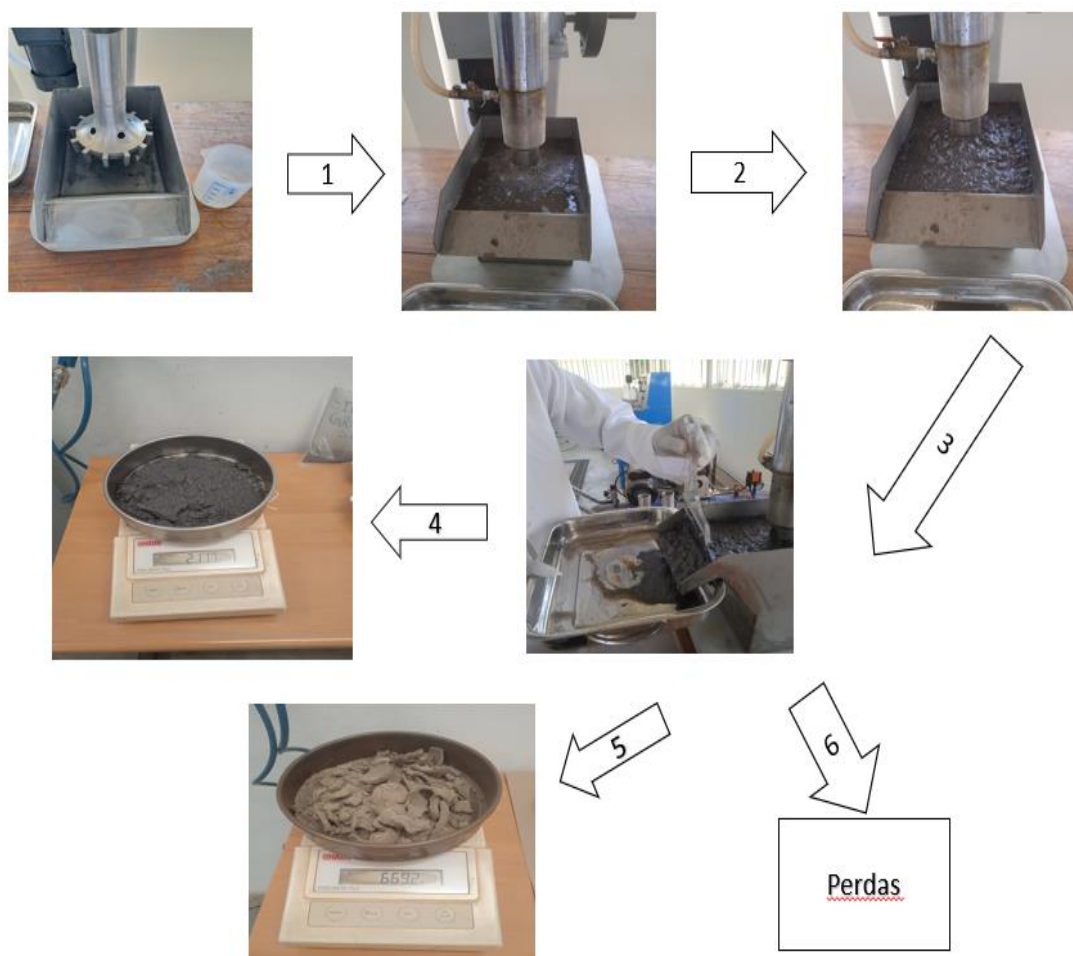


Figura 16: Etapas para concentração por flotação

Na quarta passagem a espuma coletada foi então seca a 105°C durante 14 horas logo em seguida arrefecida a temperatura ambiente e pesada e reservada. Enquanto a suspensão contendo a ganga (5) também foi deixada em repouso por vinte e quatro horas, após sedimentação o rejeito é seco e pesado.

Capítulo 4: Análise e discussão dos resultados

A análise e discussão dos resultados é feita com base nas amostras da grafite proveniente de nipepe, ou seja, a bruta e dos concentrados obtidos após o processo de flotação.

4.1. Balanço mássico da flotação

Os dados da flotação usando diferentes colectores (não iónicos e iónicos) com objectivo de analisar o comportamento mássico da amostra do minério da grafite a partir da alimentação até a obtenção dos seus concentrados no processo de flotação a partir dos diferentes colectores são apresentados na tabela 5.

Tabela 5: Resultados da flotação usando diversos colectores

Colector	Alimentação (g)	Massa do concentrado (g)	Massa do rejeito (g)	Perdas (g)
Querosene	1000	151.1	578.4	270.5
Óleo Diesel	1000	127.2	498.8	374
Óleo de soja de fritura	1000	212.1	613.1	174.8
Óleo de girassol de fritura	1000	250.9	678.2	70.9

Sendo a quantidade de entrada igual a da saída, e portanto, o resultado da diferença entre a alimentação e os produtos da flotação (rejeitos e concentrados) correspondente as perdas ocorridas durante o processo de sedimentação da polpa, onde as partículas menores dos rejeitos sendo perdidas.

4.2. Classificação granulométrica

Através do Gráfico 1, onde descrevem-se as curvas de distribuição dos tamanhos, nota-se que a grafite de nipepe contém predominantemente partículas de maiores, possuindo uma granulometria relativamente grossa apresentado maior frequência no peneiro do topo cuja abertura é de 2mm. E 90,32% da sua massa é retida sob um diâmetro médio (a média entre a abertura superior e inferior da peneira) de 1,5mm.

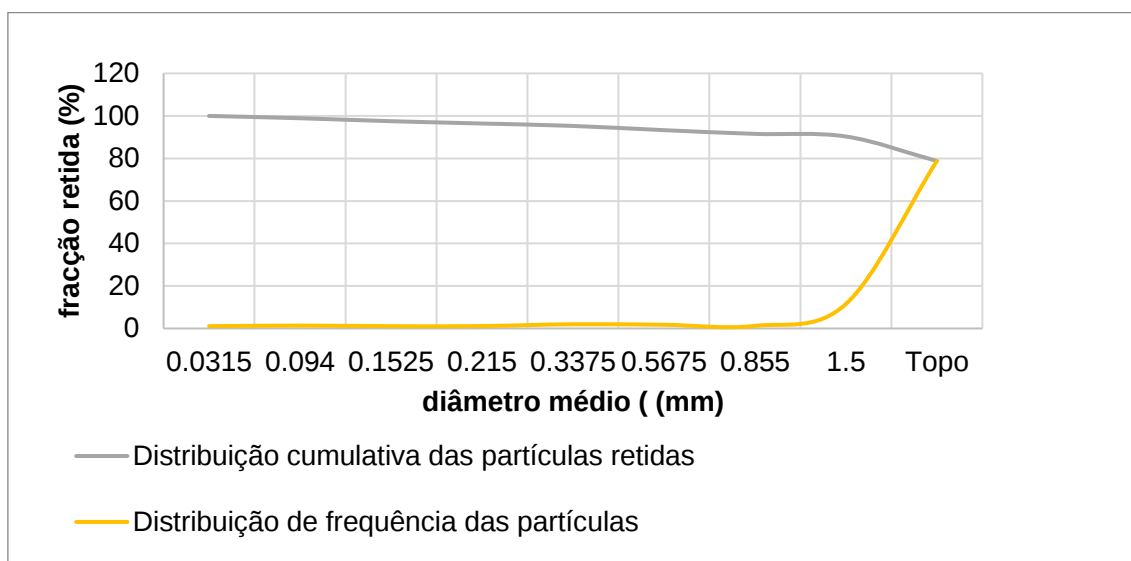


Gráfico 1: Classificação granulométrica da amostra bruta

A flotação da grafite é altamente dependente do tamanho das partículas, com partículas mais finas tendendo a ser mais difíceis de recuperar (Santos e Almeida, 2015). Valores próximos para a distribuição cumulativas das partículas dos concentrados obtidos pelos diferentes colectores indicam a uniformidade do processo de redução da amostra bruta nos diferentes casos. Sendo assim eliminada a granulometria como fator de influência nos resultados, atribuindo-se aos diferentes colectores usados.

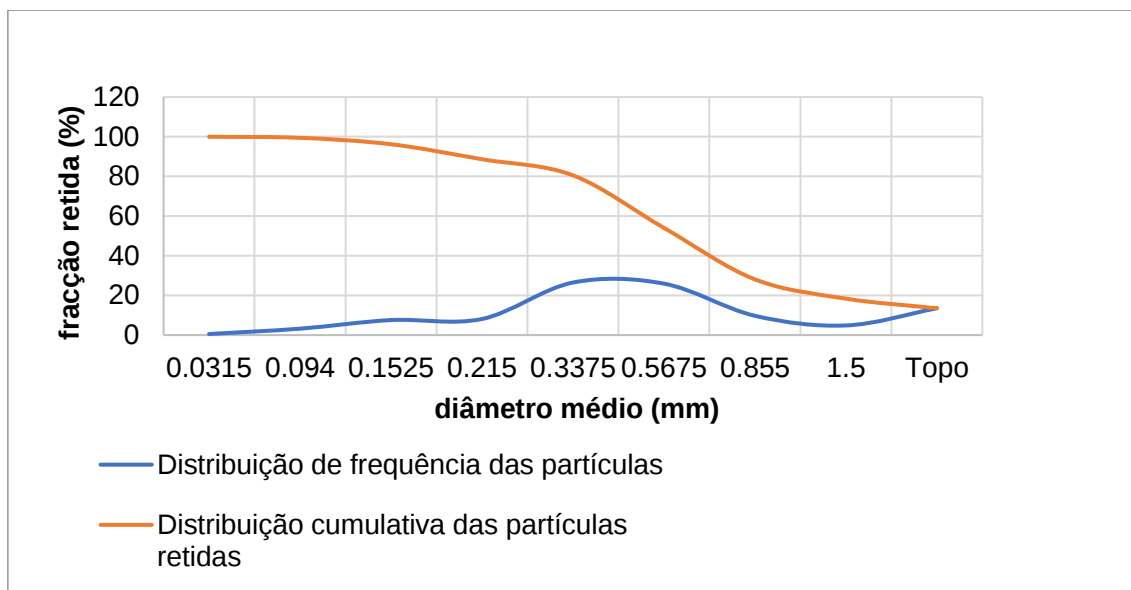


Gráfico 2: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando óleo de soja de fritura

Os concentrados obtidos usando o colector iónico (óleo de fritura de soja residual) e o apolar (querosone) foram classificados granulometricamente visto que o seu valor econômico encontra-se no tamanho do mesmo. Como apresentado no gráfico 2 o concentrado obtido pelo colector iónico encontra-se na fracção de maior frequência com o diâmetro medio de 0,3375 mm, sendo o segundo diâmetro medio de maior frequência o anterior a este, 0,5675 mm.

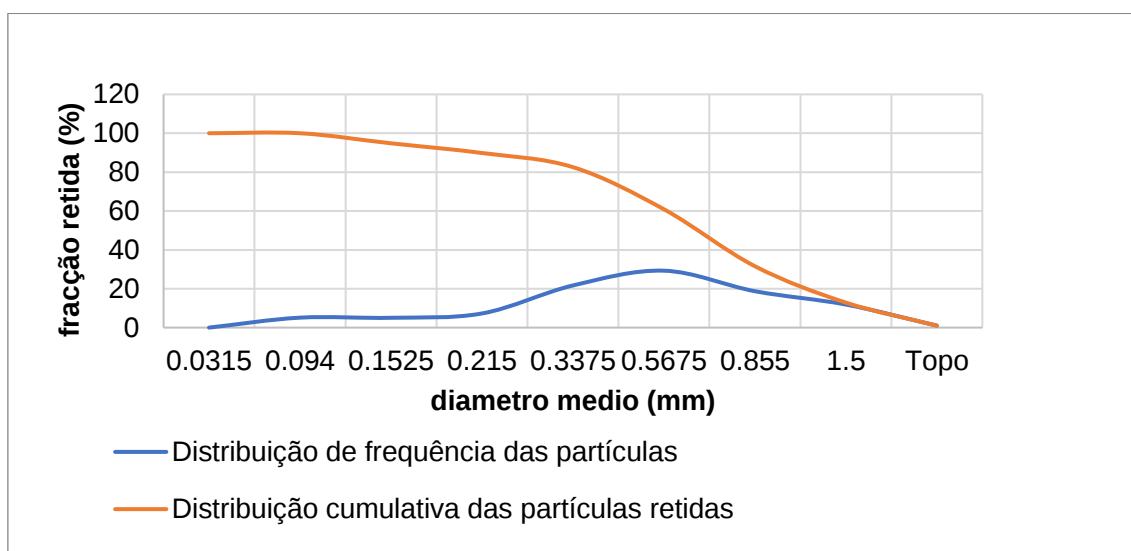


Gráfico 3: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando querosene

Para o colector não iónico, a maior frequência da massa retida pertence ao diâmetro medio de 0,5675 mm a segunda maior media das fracções sendo a 0,3375 mm. Indicando uma ligeira semelhança na frequência do tamanho das partículas, sendo que os concentrados do óleo residual apresentam um tamanho relativamente menor das partículas. Estás partículas são maioritariamente pequenas como é possível aferir no gráfico 2 para o colector iónico onde 88,95% da massa retida acumulada apresenta um diâmetro medio de 0,215mm e no gráfico 3 onde o mesmo diâmetro medio apresenta 89,83%.

4.3. Impurezas

A análise pelo FRX, apesar de inviável para leitura da composição de elementos com baixo raio atómico como o caso do carbono, é viável para a determinação de impurezas no minério da grafite, podendo as suas leituras serem efectuadas em termos de razão do elemento detectado pela porção não carbónica do minério.

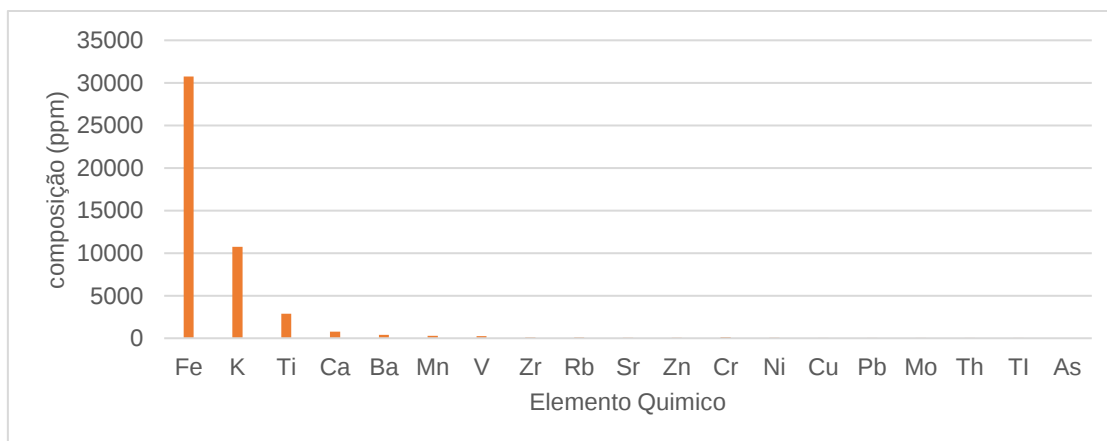


Gráfico 4: Caracterização da grafite bruta pelo FRX

No mineral da grafite de nipepe são encontradas as impurezas destacadas no gráfico acima, sendo as composições dispostas em razões de partes por milhão (ppm), possuindo deste modo, elevada concentração do Ferro (Fe), superior a 30000 ppm, sugerindo a presença de minerais como hematita ou magnetita, também possui significativa presença do Potássio (K) indicando a possível coexistência de minerais como feldspatos ou micas no minério, com a

composição superior a 10000 ppm (Luz e Lins, 2008). São detectados ainda elementos como Titânio (Ti), Cálcio (Ca) e Bário (Ba) que estão presentes em menores concentrações, sugerindo a existência de minerais acessórios como rutilo (TiO_2) e carbonatos (CaCO_3). Fazendo parte das impurezas ainda que em muito menor composição o manganês (Mn) e o vanádio (V). A composição não detectada ou em falta na razão de milhão corresponde ao SiO_2 (dióxido de silício ou sílica), possuindo assim a maior composição na amostra (953367,5 ppm).

4.4. Teor do carbono

A tabela 6 apresenta o resultado correspondente ao teste por perda de ignição ("LOI"). A amostra bruta da grafite apresenta um teor de cinzas de 86%, indicando uma alta presença de impurezas minerais e apenas 14% de material carbonáceo. Após o processo da flotação ocorre enriquecimento do teor de carbono na amostra indicando a eficácia dos colectores usados.

Tabela 6: Resultados do teste por "LOI"

Elementos químicos	Grafite bruta (%)	Concentrado obtido pelo colector:			
		óleo de soja de fritura (%)	querosene (%)	óleo de girassol de fritura (%)	óleo diesel (%)
Cinzas	86	41	33	45	38
Carbono teórico	14	59	67	55	62

Onde os colectores não iónicos ou reforçadores da colecta nomeadamente querosene e diesel obtiveram teores de 67 e 62% do material carbonáceo e o óleo residual tendo uma composição menor que 60% neste teste indicando uma menor seletividade. Sendo devido a presença do radical polar nos ácidos, capturando espécies indesejáveis para o concentrado.

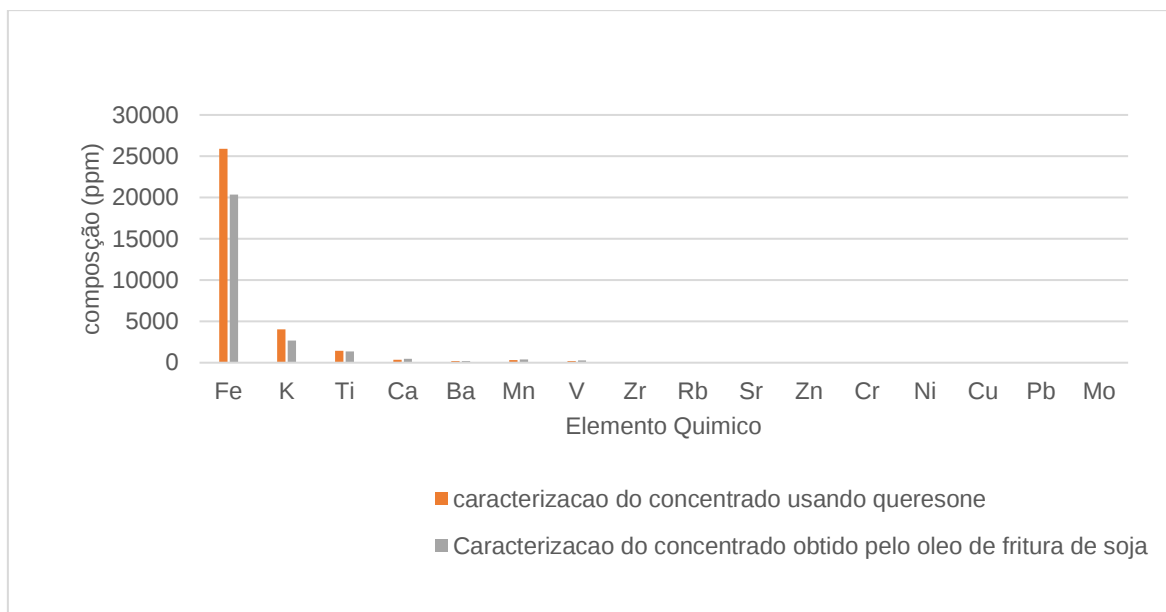


Gráfico 5: Caracterização pelo FRX dos concentrados por diferentes colectores

O gráfico 5 mostra os resultados da análise por FRX dos concentrados obtidos pelo querosene e o óleo de fritura (residual) de soja, verificando-se a redução comparativamente a amostra bruta das elevadas concentrações de impurezas elementares como Fe, K, Ti, e Ca. Incluindo o desaparecimento de elementos como o tório (Th), tálio (Tl) e arsênio (As). E em maior quantidade a sílica (967209 ppm para o óleo residual e 973900 ppm para o querosene) podendo ser atribuído à menor seletividade desses coletores, que favorecem a captura não apenas da grafita, mas também de partículas de ganga. Estas composições podem ser justificadas a partir dos resultados do teste por perda de ignição, estando presentes e/ou deluídas nas cinzas.

4.5. Rendimento mineralógico

O maior ganho de massa dos concentrados do minério obtidos a partir da colecta pelo óleo residual é verificado na maior recuperação mássica dos mesmos, possuindo 21,21% para o óleo de soja (sendo o menor dos colectores iónicos testados, conforme o gráfico 6 demonstra) comparado aos colectores não iónicos cujo seu maior valor para recuperação mássica corresponde o querosene 15,11%. Isso é atribuído à menor seletividade do óleo residual, colectando partículas de grafite e de ganga, aumentando portanto a massa total recuperada e a capacidade que óleo residual tem de actuar tanto como colector quanto como espumante, formando bolhas mais estáveis e aumentando consequentemente a captura destas partículas. Contudo, essa alta recuperação ocorre às custas da pureza do concentrado.

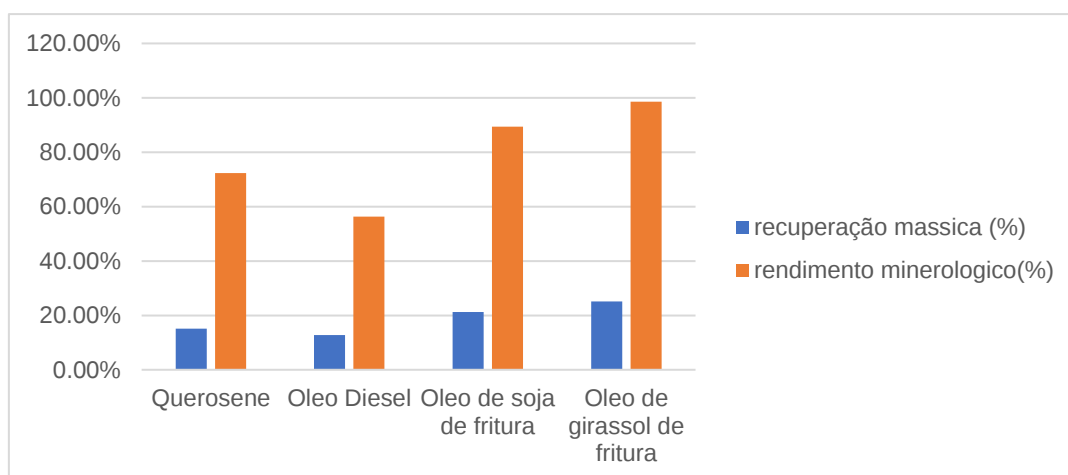


Gráfico 6: Colunas de recuperação mássica e rendimento mineralógico para diferentes colectores

Determina-se ainda o rendimento mineralógico da operação, tendo as composições ou teores do carbono na grafite determinadas na tabela 6. Um maior rendimento indica que uma maior quantidade da grafite (carbono) foi recuperada em relação à quantidade presente na amostra inicial. É apresentado 99% para o óleo de fritura (residual) de girassol, indicando que praticamente toda grafite presente no mineral é flotada usando este colector, sendo a segunda maior percentagem para o óleo de fritura (residual) de soja.

O rendimento mineralógico é proporcional a recuperação mássica, sendo maior nos colectores de óleo residual em comparação aos convencionais, a diferença

entre a ambos residindo no facto de que o primeiro é um parâmetro qualitativo (permitindo avaliar a grafite) e o outro quantitativo (rocha/minério da grafite). Porem, a pureza da grafite nestes colectores precisa ser optimizada, como ponto de partida sugere-se como continuação ou posteriormente neste trabalho o estudo da influência da dosagem do óleo residual e da sua acção na variação do depressor com objectivo de incrementar a seletividade da polpa.

4.5.1. Óleo de fritura como colector

O estudo do colector de óleo de fritura (residual) é realizado variando a sua dosagem durante a flotação, com o objectivo de determinar a sua influência conclui-se que com o aumento da dosagem do colector a recuperação mássica do minério também toma um rumo crescente.

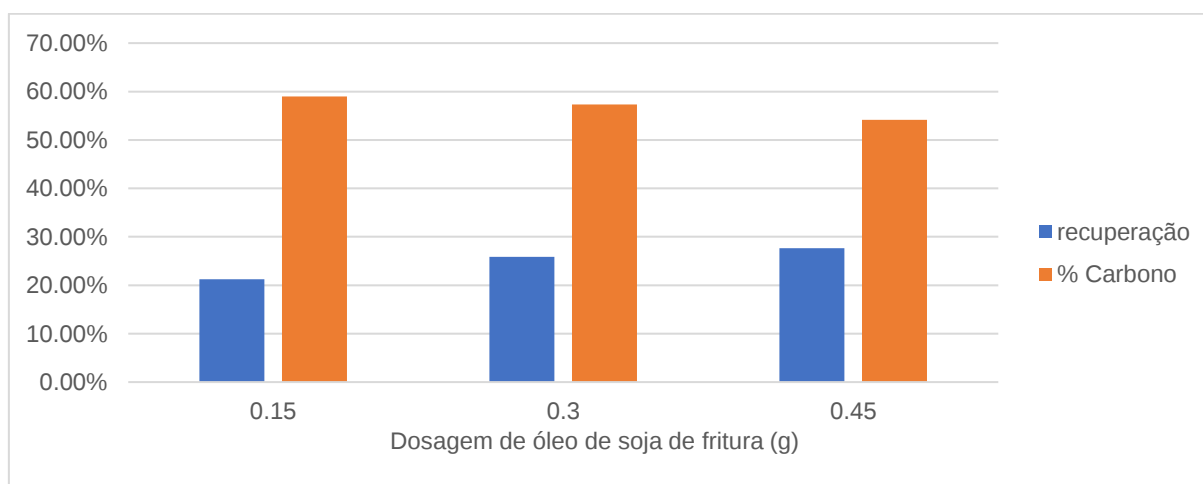


Gráfico 7: Comportamento do concentrado a variação da dosagem do colector de óleo residual

O gráfico 7 apresenta um ganho de 4,63 %, apos a adição do dobro da dosagem inicial, continuando a adição (em uma diferença constante da dosagem) do colector verifica-se que o ganho decresce (passando para 1,81%), indicando que a recuperação mássica aumenta até a um certo ponto, onde o seu aumento passa a não ser considerável, tendo em conta o teor da grafite explicada em seguida. O teor de carbono na grafite durante decresce tanto quanto o aumento da dosagem, tendo o seu sentido de crescimento inverso ao da recuperação mássica do minério, sendo quanto maior for a dosagem para uma determinada quantidade da amostra do minério da grafite o seu teor de carbono será também

menor comparado com a dosagem inicial usada para a colecta. Esses resultados reforçam a importância de otimizar a dosagem do coletor de óleo residual para obter um equilíbrio entre a recuperação mássica e a qualidade da grafita beneficiada.

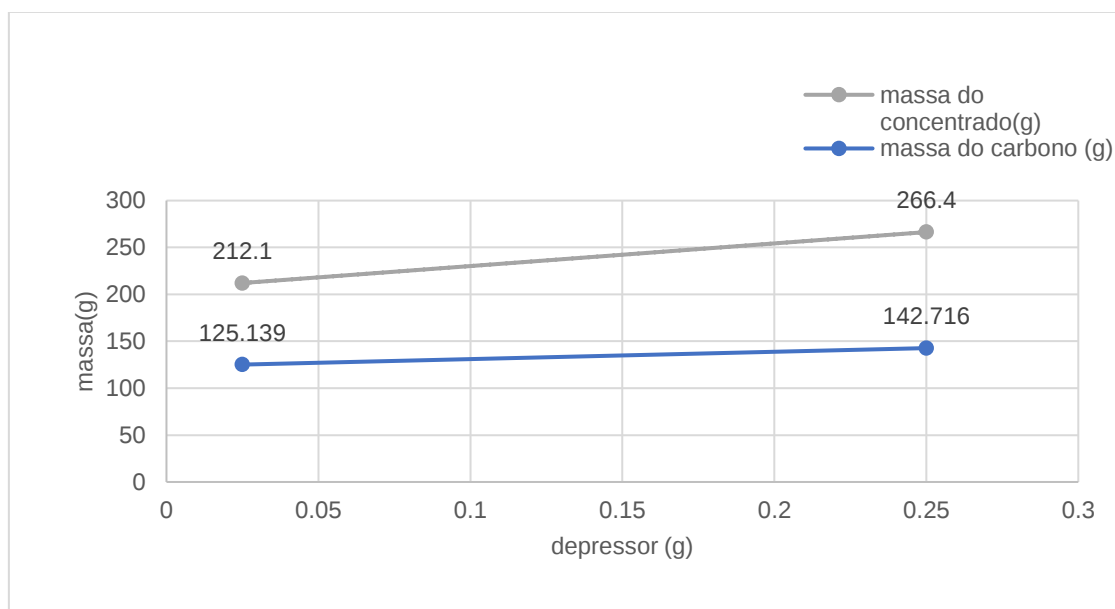


Gráfico 8: Influência do depressor na colecta usando óleo residual de fritura

Comparado com o uso silicato de sódio (depressor) juntamente do querosene como colector onde com o aumento da dosagem de depressor, o teor total de carbono permanece constante ou aumenta ligeiramente até não haver alteração significativa (Öney & Samanli, 2016), o dicromato de potássio na sua acção conjunta ao colector de óleo residual, observa-se um aumento gradual na massa do concentrado à medida que a dosagem do depressor cresce, passando de aproximadamente 212,1 g para 266,4 g. Isso indica que o depressor tem um papel relevante na eficiência da separação da grafite, favorecendo a recuperação mássica. A linha azul representa o teor de carbono, que se mantém relativamente constante, com um leve aumento de 125,139 g para 142,716 g. O uso de silicato de sódio com querosene também mantém o teor de carbono estável, sem variações expressivas

Capítulo 5: Conclusões e Recomendações

5.1. Conclusões

O presente trabalho tem como objectivo o processamento da grafite de nipepe usando óleo residual como colector comparativamente aos usados convencionalmente, para a satisfação do mesmo foram realizadas em escala laboratorial experiências tendo como conclusão os seguintes pontos:

- O minério da grafite de nipepe é um floco cristalino grosso, com 90.32 % da massa retida acumulada em uma fracção de diâmetro medio de 1.5 mm, e possui maior frequência na fracção de topo (abertura superior a 2 mm);
- A classificação granulométrica dos concentrados obtidos pelos diferentes colectores sugere pouca variação no tamanho, 88.95% e 89.83% dos concentrados do óleo residual e do querosene, respectivamente. Possuem diâmetro médio maior ou igual a 0.215 mm. O óleo residual possuindo partículas ligeiramente menores que o querosene.
- A amostra bruta do minério da grafite através do teste por perda de ignição apresenta 14% de material carbonáceo e pela fluorescência de raios x são apresentado as impurezas presentes em elevadas concentrações como o SiO_2 , Fe_2O_3 , K_2O e TiO e em menor concentração elementos como o Ca, Ba, Mn e V;
- Os colectores não iónicos possuem maior selectividade que os óleos residuais, apresentando menores teores de cinza no teste por perda de ignição;
- A flotação usando colectores não iónicos nomeadamente o querosene e o óleo diesel, resultou numa recuperação mássica comparativamente menor que os óleos residuais;
- O óleo residual de fritura como colector apresenta maior rendimento mineralógico para a grafite que os colectores não iónicos usados;
- O aumento da dosagem do colector de óleo residual de fritura promove o aumento da recuperação mássica e do teor de cinzas até um ponto onde esta adição não se torna considerável;
- Com o aumento do depressor dicromato de potássio em experiências usando o óleo residual, o teor de carbono aumenta ligeiramente tornando-

se praticamente constante e a recuperação mássica aumenta também ligeiramente.

5.2. Recomendações

Para optimização do trabalho, sugere-se a continuação dos seguintes estudos:

- Moagem e o grau de libertação do minério da grafite;
- Eficiência e a pureza do minério na flotação usando múltiplos estágios;
- Caracterizar e estudar a influência da saponificação do óleo de fritura residual;
- Avaliar economicamente o uso do óleo residual como colector.

Bibliografia

- (23 de 9 de 2024). Obtido de diário economico:
<https://www.diarioeconomico.co.mz/2024/07/20/oilgas/extractivas/niassa-producao-de-grafite-na-mina-de-nipepe-inicia-em-dezembro/>
- Bulatovic, S. (2007). *Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice – flotation sulfide ores*. Amsterdam: Elsevier.
- Bulatovic, S. M. (2015). *Handbook of Flotation Reagents: Chemistry, Theory and Practice Flotation of Industrial Minerals Volume 3*. Peterborough: Elsevier.
- Cardoso, M., Santos, T., Ramos, C., Barros, J., e Costa, D. (2015). Saponificação do óleo residual de fritura para utilização como reagente coletor em flotação de. *XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*. Minas erais.
- Carrisso, R. C., e Correira, J. C. (2004). Classificação e Peneiramento. Em A. B. Luz, J. A. Sampaio, e S. C. França, *Tratamento de Minérios* (pp. 197-238). Rio de Janeiro: CETEM.
- Chaves, A. P., Filho, L. d., e Braga, P. F. (2010). FLOTAÇÃO. Em A. B. Luz, J. A. Sampaio, e S. C. França, *Tratamento de Minério* (pp. 405-459). Rio de Janeiro: CETEM.
- Chelgani, S. e. (2016). A Review of Graphite Beneficiation Techniques. *MINERAL PROCESSING AND EXTRACTIVE METALLURGY REVIEW*, 58-68. Retrieved from <https://doi.org/10.1080/08827508.2015.1115992>
- COSTA NETO, P. (1993). *Estudos preliminares sobre alterações do óleo de soja usado em frituras múltiplas*. Curitiba.
- Cremasco, M. A. (2012). *Operacoes unitarias em sistemas particulados e fluidomecanicos*. Sao Pauo: Blucher.
- Crossley, P. (2000). High-tech supply sharpens up. *Industrial Minerals*, 31-47.
- Crozier, R. (1990). *Flotation - Theory, Reagents and ore testing. Course handbook*. UK: Camborne School of Mines.

- da Rosa, G. S. (03 de 2023). *unipampa*. Obtido de sites.unipampa.edu.br: <https://sites.unipampa.edu.br/eqpoplaboratorio/files/2023/03/apostila-op-i.pdf>
- DOW. (1981). *Flotation Fundamentals: Key to Effective, Economical Modern Mining Practice*. Michigan: The Dow Chemical Company.
- Dutra, C. V. (1984). *A Fluorescência de Raios X na Geologia; Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia*. Sao Paulo: Edgard Blücher Ltda.
- Fogg, C., e Boyle, E. (1987). flake and high-crystalline graphitr availability - Market economy countries. *US Bureau of Mines Information Circular*.
- Gomide, R. (1980). *Operações unitárias*. Sao Paulo: Reynaldo Gomide.
- Guabiroba, R., e D'Agosto, M. d. (2011). O impacto do custo de coleta do óleo residual de fritura disperso em áreas urbanas no custo total de produção de biodiesel – estudo de caso. *TRANSPORTES* , 68–76.
- Jara, A. D., Woldetinsae, G., Woldetinsae, A., e Kim, J. Y. (2020). Mineralogical and petrographic analysis on the flake graphite ore from Saba Boru area in to Ethiopia. *International Journal of Mining Science and Technology*.
- JORGE, N., BELLEI PRAZERES SOARES, B. B., MARTINS LUNARDI, V. M., e MALACRIDA, C. R. (2005). Alterações físico-químicas dos óleos de girassol, milho. *Química Nova*, 947-951.
- Kaitano, H. V., e Mudono, S. (2023). Investigating on a Process Method of Beneficiating and Increasing the Graphite Purity to 99% Grade. *Journal of Analytical Sciences, Methods and Instrumentation*.
- Kawatra, S. (2011). Fundamental Principles of Froth Flotation. *Society for Mining Metallurgy and Exploration*.
- LEJA, J. (1982). *Surface Chemistry of Froth Flotation*. New York: Plenum Press.
- Lisboa, M. d. (2014). *USO DE ÓLEO RESIDUAL DE FRITURA COMO REAGENTE COLETOR DE MINERAIS*. MARABÁ (PA).
- Luz, A. B. (2008). Rochas e Minerais Industriais . *CETEM/MCT*, 533-550.

- Massango, A. (19 de 09 de 2023). *AIM*. Obtido de AIMNEWS: <https://aimnews.org/2023/09/19/graphite-mine-to-be-operated-in-niassa/>
- Mitchell, C. (1993). *Industrial Minerals Laboratory Manual FLAKE GRAPHITE*. Nottingham: BGS Technical Report .
- NUHU, S. K. (2014). THE BENEFICIATION OF GRAPHITE BY FLOTATION USING A LOCALLY SOURCED COLLECTOR - SOYBEANS OIL. *Continental J. Applied Sciences* 9 (2), 31-36.
- OLIVEIRA, M. G., BOROWSKI, J., PALUDO, M., MOURA, R., e ZAMBIAZI, R. (2008). AVALIAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA SUBMETIDO AO PROCESSO DE FRITURA DE HAMBÚRGUER OVINO. *conhecimento sem fronteiras*.
- Öney, Ö., e Samanlı, S. (2016). Determination of optimal flotation conditions of low-grade graphite ore. *ES Web of Conferences*.
- Pekkala, Y., Kuivasaari, T., Gonçalves, R., Deus, M., Chaúque, F., e Almeida, C. (2007). REVIEW OF INDUSTRIAL MINERALS. *Geological Survey of Finland, Special Paper 48*, 289–306.
- Sampaio, J. A., Braga, P. F., e Dutra, A. (2008). Grafita. Em *Rochas e Minerais Industriais – CETEM* (pp. 528-549). Rio de Janeiro.
- Santos, M. C., e Almeida, T. R. (2015). Granulometric Analysis in Graphite Beneficiation Processes. *Mineral Processing Review*..
- Vasumathi, N., Sarjekar, A., Chandrayan, H., Chennakesavulu, K., Reddy, G. R., Kumar, T. V., . . . Gopalkrishna, S. J. (2023). A Mini Review on Flotation Techniques and Reagents Used in Graphite Beneficiation. *International Journal of Chemical Engineering*.

Anexo

- Resultados da análise elemental da amostra bruta e dos concentrados

Tabela A1: Caracterização do Grafite bruto

Elemento químico	Composição 1 (ppm)	Composição 2 (ppm)	Composição media (ppm)	Desvio padrão
Fe	20758	40706	30732	14105.4
K	11314	10146	10730	825.9
Ti	2789	2972	2880.5	129.4
Ca	815	725	770	63.6
Ba	473	342	407.5	92.6
Mn	272	317	294.5	31.8
V	214	304	259	63.6
Zr	126	88	107	26.9
Rb	99	83	91	11.3
Sr	62	57	59.5	3.5
Zn	46	64	55	12.7
Cr	42	250	146	147.1
Ni	38	49	43.5	7.8
Cu	27	44	35.5	12.0
Pb	8	10	9	1.4
Mo	6	4	5	1.4
Th	6	6	6	0.0
Tl	3	0	1.5	2.1
As	0	0	0	0.0
Au	ND	ND	-	#VALOR!
Si	-	943833	953367.5	13483.8
total		1000000	1000000	0

Tabela A2: Caracterização do concentrado usando querosene

Elemento químico	composição 1 (ppm)	composição 2 (ppm)	composição media (ppm)	desvio padrão
Fe	19739	32037	25888	8696.0
K	3673	4435	4054	538.8
Ti	1502	1389	1445.5	79.9
Ca	287	434	360.5	103.9
Ba	172	221	196.5	34.6
Mn	274	327	300.5	37.5
V	187	242	214.5	38.9
Zr	85	110	97.5	17.7
Rb	49	65	57	11.3
Sr	34	42	38	5.7
Zn	36	45	40.5	6.4
Cr	31	39	35	5.7
Ni	28	28	28	0.0
Cu	25	26	25.5	0.7
Pb	5	8	6.5	2.1
Mo	3	4	3.5	0.7
Th	ND	5	#VALOR!	#VALOR!
Tl	0	0	0	0.0
As	ND	ND	#VALOR!	#VALOR!
Au	ND	ND	#VALOR!	#VALOR!
Si	-	-	967209	-
total			1000000	-

Tabela A3: Caracterização do concentrado obtido pelo óleo de soja de fritura

Elemento químico	composição 1 (ppm)	composição 2 (ppm)	media (%)	desvio padrão
Fe	14486	26238	2.04	0.69055
K	1884	3464	0.27	0.01248
Ti	848	1867	0.14	0.00519
Ca	312	668	0.05	0.00063
Ba	270	133	0.02	0.00009
Mn	354	414	0.04	0.00002
V	207	320	0.03	0.00006
Zr	67	101	0.01	0.00001
Rb	20	48	0.00	0.00000
Sr	18	41	0.00	0.00000
Zn	56	88	0.01	0.00001
Cr	63	110	0.01	0.00001
Ni	34	60	0.00	0.00000
Cu	22	32	0.00	0.00000
Pb	29	11	0.00	0.00000
Mo	ND	6	ND	ND
Th	ND	7	ND	ND
Tl	ND	ND	ND	ND
As	0	0	-	0
Au	ND	ND	ND	ND
SiO ₂	-	-	97.39	-
total			100	-

Tabela A4: caracterização do concentrado obtido pelo óleo de girassol de fritura

Elemento químico	composição 1 (ppm)	composição 2 (ppm)	Composição media (%)	desvio padrão
Fe	13781	13977	1.39	0.00019
K	2278	2530	0.24	0.00032
Ti	1043	706	0.09	0.00057
Ca	464	242	0.04	0.00025
Ba	112	0	0.01	0.00006
Mn	176	194	0.02	0.00000
V	156	157	0.02	0.00000
Zr	66	58	0.01	0.00000
Rb	30	29	0.00	0.00000
Sr	21	20	0.00	0.00000
Zn	45	44	0.00	0.00000
Cr	38	45	0.00	0.00000
Ni	34	29	0.00	0.00000
Cu	16	21	0.00	0.00000
Pb	5	3	0.00	0.00000
Mo	3	3	0.00	0.00000
Th	5	0	0.00	0.00000
Tl	0	0	-	ND
As	0	0	-	ND
Au	ND	ND	ND	ND
Si	-	-	98.18	-
total			100	-

Tabela A5: Caracterização do concentrado obtido pelo óleo diesel

Elemento químico	composição 1 (ppm)	composição 2 (ppm)	Composição media (%)	desvio padrão
Fe	19224	19532	1.94	0.00047
K	3176	4322	0.37	0.00657
Ti	1245	1763	0.15	0.00134
Ca	467	480	0.05	0.00000
Ba	140	148	0.01	0.00000
Mn	350	275	0.03	0.00003
V	184	211	0.02	0.00000
Zr	98	123	0.01	0.00000
Rb	37	53	0.00	0.00000
Sr	26	35	0.00	0.00000
Zn	39	42	0.00	0.00000
Cr	35	32	0.00	0.00000
Ni	27	23	0.00	0.00000
Cu	20	20	0.00	0.00000
Pb	7	9	0.00	0.00000
Mo	ND	3	ND	ND
Th	ND	ND	ND	ND
Tl	2	ND	ND	ND
As	1	0	-	0
Au	ND	ND	ND	ND
Si	-	-	97.39	-
total			100	-

- Classificação granulométrica das amostras e dos concentrados obtidos

Tabela A6: Classificação granulométrica da amostra bruta

Abertura Superior (mm)	Abertura inferior (mm)	diâmetro medio (mm)	fracção retida
		Topo	1590.3
2	1	1.5	232.3
1	0.71	0.855	24.7
0.71	0.425	0.5675	35.4
0.425	0.25	0.3375	40.1
0.25	0.18	0.215	23
0.18	0.125	0.1525	22.1
0.125	0.063	0.094	28
		Base	22
total			2017.9

diâmetro medio (mm)	Distribuição de frequência	Distribuição cumulativa retida
Topo	78.81	78.81
1.5	11.51	90.32
0.855	1.22	91.55
0.5675	1.75	93.30
0.3375	1.99	95.29
0.215	1.14	96.43
0.1525	1.10	97.52
0.094	1.39	98.91
	1.09	100.00

Tabela A7: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando óleo de soja de fritura

Abertura Superior (mm)	Abertura inferior (mm)	diâmetro medio (mm)	fracção retida
		Topo	2.5
2	1	1.5	0.9
1	0.71	0.855	1.8
0.71	0.425	0.5675	4.8
0.425	0.25	0.3375	4.9
0.25	0.18	0.215	1.5
0.18	0.125	0.1525	1.4
0.125	0.063	0.094	0.6
		Base	0.1
total			18.5

diâmetro medio (mm)	Distribuição de frequência	Distribuição cumulativa retida
Topo	13.51	13.51
1.5	4.86	18.38
0.855	9.73	28.11
0.5675	25.95	54.05
0.3375	26.49	80.54
0.215	8.11	88.65
0.1525	7.57	96.22
0.094	3.24	99.46
Base	0.54	100.00

Tabela A8: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando óleo diesel

Abertura Superior (mm)	Abertura inferior (mm)	diâmetro medio (mm)	fracção retida
		Topo	0
2	1	1.5	12.1
1	0.71	0.855	20.1
0.71	0.425	0.5675	34.5
0.425	0.25	0.3375	31.1
0.25	0.18	0.215	9.5
0.18	0.125	0.1525	8.2
0.125	0.063	0.094	7.5
		Base	3.1
total			126.1

diâmetro medio (mm)	Distribuição de frequência	Distribuição de cumulativa retida
Topo	0.00	0.00
1.5	9.60	9.60
0.855	15.94	25.54
0.5675	27.36	52.89
0.3375	24.66	77.56
0.215	7.53	85.09
0.1525	6.50	91.59
0.094	5.95	97.54
	2.46	100.00

Tabela A9: Classificação granulométrica do concentrado obtido usando querosene

Abertura Superior (mm)	Abertura inferior (mm)	diâmetro medio (mm)	fracção retida
		Topo	1.5
2	1	1.5	17.6
1	0.71	0.855	27.8
0.71	0.425	0.5675	43.5
0.425	0.25	0.3375	32.2
0.25	0.18	0.215	10.8
0.18	0.125	0.1525	7.5
0.125	0.063	0.094	7.6
		Base	0
total			148.5

diâmetro medio (mm)	Distribuição de frequência	Distribuição cumulativa retida
Topo	1.01	1.01
1.5	11.85	12.86
0.855	18.72	31.58
0.5675	29.29	60.88
0.3375	21.68	82.56
0.215	7.27	89.83
0.1525	5.05	94.88
0.094	5.12	100.00
Base	0.00	100.00

- Resultados da flotação (recuperação, rendimento mineralógico) e da análise por “LOI”

Tabela A10: recuperação mássica e rendimento mineralógico da grafite

colector	Alimentação(g)	Dosagem (ml)	massa do concentrado (g)
Querosene	1000	0.15	151.1
Óleo Diesel	1000	0.15	127.2
Óleo de soja de fritura	1000	0.15	212.1
Óleo de girassol de fritura	1000	0.15	250.9

colector	massa do rejeito (g)	perdas(g)	recuperação mássica (%)	massa retida+perdida	rendimento mineralógico(%)
Querosene	578.4	270.5	15.11%	848.9	72%
Óleo Diesel	498.8	374	12.72%	872.8	56%
Óleo de soja de fritura	613.1	174.8	21.21%	787.9	89%
Óleo de girassol de fritura	678.2	70.9	25.09%	749.1	99%

Tabela A11: resultados da perda por ignição

Nome do colector usado	massa inicial experiência 1 (g)	massa inicial experiência 2 (g)	massa final experiência 2 (g)	massa final experiência 2 (g)	%LOI#1	%LOI#2	%C	desvio medio
Óleo soja de fritura	1.0542	1.0605	0.4434	0.4243	0.5794	0.5999	59%	0.00021
óleo girassol de fritura	1.0001	1.0021	0.4484	0.4501	0.5516	0.5508	55%	0.00000
óleo diesel	1.0104	1.0104	0.3904	0.3866	0.6136	0.6174	62%	0.00001
Querosene	1.0328	1.0481	0.3589	0.3379	0.6525	0.6776	67%	0.00031
Amostra da grafite bruta	1.0313	1.0113	0.8619	0.888	0.1643	0.1219	14%	0.00090

- Resultados da variação dos reagentes no processo de flotação

Tabela A12: variação da dosagem do colector

Dosagem de óleo de fritura de soja (g)	massa do concentrado(g)	massa do rejeito(g)	recuperação
0.15	212.1	613.1	21.21%
0.3	258.4	702.9	25.84%
0.45	276.5		27.65%

Tabela A13: resultados da perda por ignição das diferentes dosagens de óleo de fritura de soja

Dosagem (g)	LOI#1	LOI#2	% Carbono	desvio padrão
0.15	0.579397	0.599906	59%	0.000210
0.3	0.584909	0.562063	57%	0.000261
0.45	0.540344	0.54253	54%	0.000002