



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO – UFOP
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA



LUCAS DE ASSIS ALVES

**UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS EM
COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA OBTIDOS POR
SINTERIZAÇÃO EM ATMOSFERA DE ARGÔNIO**

**OURO PRETO - MG
2020**

LUCAS DE ASSIS ALVES
lucasdeassisalves@gmail.com

**UTILIZAÇÃO DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS EM
COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA OBTIDOS POR
SINTERIZAÇÃO EM ATMOSFERA DE ARGÔNIO**

Monografia apresentada ao Curso de Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito para a obtenção do título de Engenheiro Mecânico.

Professora orientadora: Prof^a Dr^a Margarida Márcia Fernandes Lima

OURO PRETO – MG

2020

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

A474u Alves, Lucas de Assis .

Utilização de resíduos de minério de manganês em compósitos de matriz metálica obtidos por sinterização em atmosfera de argônio. [manuscrito] / Lucas de Assis Alves. - 2020.

69 f.: il.: color., gráf., tab..

Orientadora: Profa. Dra. Margarida Márcia Fernandes Lima.
Monografia (Bacharelado). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Graduação em Engenharia Mecânica .

1. Compostos metálicos. 2. Sinterização. 3. Reaproveitamento (Sobras, refugos, etc.) - Manganês. I. Lima, Margarida Márcia Fernandes . II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 620.1

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB:1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
REITORIA
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECANICA



FOLHA DE APROVAÇÃO

Lucas de Assis Alves

Utilização de resíduos de minério de manganês em compósitos de matriz metálica obtidos por sinterização em atmosfera de argônio

Membros da banca

Margarida Márcia Fernandes Lima - DSc. - UFOP

Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz - DSc. - IFMG - Campus Ouro Preto

Vinicius Carvalho Teles - DSc. - UFOP

Versão final

Aprovado em 24 de julho de 2020

De acordo

Professor (a) Orientador (a): Prof^o DSc. Margarida Márcia Fernandes Lima



Documento assinado eletronicamente por **Margarida Marcia Fernandes Lima, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 14/08/2020, às 18:55, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0074935** e o código CRC **A1B297AE**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.005737/2020-68

SEI nº 0074935

R. Diogo de Vasconcelos, 122, - Bairro Pilar Ouro Preto/MG, CEP 35400-000
Telefone: (31)3559-1533 - www.ufop.br

A Deus, dedico mais esta etapa vencida.
Aos meus pais e familiares, pelo apoio.
A mecânica 14.2 por todo apoio e
companheirismo!

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por todas as bênçãos realizadas e por sempre me conduzir pelos melhores caminhos. Aos meus familiares, em especial aos meus pais Cristiane e Francisco, por sempre acreditarem nos meus sonhos e nunca medirem esforços para que eu pudesse concretizá-los.

Dedico especial agradecimento à minha orientadora Prof^a Dr^a Margarida Márcia Fernandes Lima, do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto, por toda a orientação, paciência, disponibilização de todos os materiais e equipamentos, e acompanhamento nos ensaios realizados.

À Prof^a Dr^a Rosa Malena Fernandes Lima, do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, pelo fornecimento de materiais e equipamentos que tornaram possível a concretização deste trabalho, pela utilização do Laboratório de Difração de Raios X e pagamento dos ensaios realizados no MEV do Departamento de Geologia.

À Prof^a Dr^a Otávia Martins Silva Rodrigues, do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, pela utilização do Laboratório de Tratamentos de Minérios.

Ao Prof. Dr. Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz, do Instituto Federal de Minas Gerais – Ouro Preto, por ter disponibilizado o Laboratório de Ensaios Mecânicos para a realização dos ensaios de compressão.

Ao Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria, do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Ouro Preto, pela disponibilização do laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica para auxílio na realização da metalografia das amostras. Aos técnicos desse laboratório, Graciliano e Paulo, pela colaboração nos ensaios metalográficos.

Aos técnicos de laboratórios do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, Mariana Caroline Andrade Silva, Flávio Luiz Martins e Luiz Cláudio do Sacramento pelo auxílio nos ensaios de moagem, peneiramento, secagem, difração de raios X, área superficial BET e granulometria a laser.

À Prof^a Dr^a Cristiane Gonçalves, coordenadora do Laboratório de Microanálises do Departamento de Engenharia Geológica da Universidade Federal de Ouro Preto, e a técnica responsável, Débora Vasconcelos, pela realização dos ensaios em MEV/EDS.

Ao companheiro de trabalho Affonso Henrique Alves Ribeiro por todo o auxílio durante a realização deste trabalho.

A FAPEMIG e a VALE pelos equipamentos utilizados, à Universidade Federal de Ouro Preto e ao CNPq pela bolsa na modalidade PIBIC/CNPq-2018-19.

“Altas expectativas são a chave para tudo.”

Sam Walton

RESUMO

A utilização de resíduos minerais na obtenção de produtos manufaturados tem sido alvo de muitos estudos, visando a uma aplicação desses materiais. Este trabalho teve como objetivo o estudo para o desenvolvimento de compósitos com matriz metálica de alumínio, reforçados com resíduos de minério de manganês, obtidos na forma de peças sinterizadas. Por essa razão, finos de resíduos de minério de manganês foram adicionados ao pó de alumínio em proporções mássicas de 5%, 10% e 15%. A compactação das misturas dos pós foi realizada com pressão de compactação de 173,48MPa. As sinterizações foram realizadas sob atmosfera controlada (argônio) nas temperaturas de 550°C e 600°C durante 2h. Os produtos foram caracterizados por ensaios de densidade geométrica, área superficial BET, difração de raios X, microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS), análise de imagem e ensaios de compressão. Os compósitos obtidos apresentaram-se mais leves que as amostras à verde e com resistência mecânica superior ao alumínio puro. Os valores de porosidade dos compósitos foram baixos e aumentaram ligeiramente à medida que a proporção de resíduo de minério de manganês passou de 5% para 15%, com o menor valor médio para 5% - 550°C ($0,57\pm 0,21$)% e o maior para 15% - 600°C ($1,58\pm 0,38$)%. Houve contração das amostras no processo de sinterização proporcionando aumento nos valores de densidade dos compósitos quando a proporção mássica de resíduo de minério de manganês utilizada foi acrescida de 5% até 15%, com o menor valor de ($2,18\pm 0,02$)g/cm³ para 5% - 550°C e o maior valor de ($2,26\pm 0,08$)g/cm³ para 10% - 550°C. Os compósitos com 10% de resíduo de minério de manganês apresentaram os maiores valores de resistência mecânica para as mais variadas deformações em ambas temperaturas de sinterização. O maior valor se deu para a amostra sinterizada em 550°C para a deformação de 40% ($191,84\pm 26,37$)MPa. De maneira geral, as amostras apresentaram boa dispersão das partículas de resíduo de minério de manganês na fase matriz de alumínio, sem tendência a aglomerações. Constatou-se a presença de fases ricas em Mn, Al, Si, Ca e Fe nas microestruturas das amostras.

Palavras-chave: compósitos de matriz metálica de alumínio, sinterização, aproveitamento de resíduos de minérios.

ABSTRACT

The use of ore tailings in manufactured products has been the subject of many studies to application of these materials. This work had as objective the study for the development of aluminum metallic matrix composites reinforced with manganese ore residues obtained in the form of sintered products. For this reason, fines of manganese ore residues were added to the aluminum powder in weight ratio of 5%wt, 10%wt and 15%wt. The compaction pressure of the powder mixtures was carried out with 173.48MPa. The sintering was carried out under a controlled atmosphere (argon) at temperatures of 550°C and 600°C for 2h. The products were characterized by geometric density, BET surface area, X-ray diffraction, optical microscopy (MO) and scanning electron microscopy with dispersive energy spectroscopy (SEM/EDS), image analysis and compression tests. The composites obtained were lighter than the green samples with mechanical strength higher than the pure aluminum. The porosity values of the composites were low and increased slightly as the proportion of manganese ore residue increased from 5%wt to 15%wt, with the lowest average value at 5%wt -550°C (0.57 ± 0.21)% and the highest for 15%wt - 600°C (1.58 ± 0.38)%. There was a contraction of the samples in the sintering process providing an increase in the density values of the composites when the mass proportion of manganese ore residue used was increased from 5%wt to 15%wt, with the lowest value (2.18 ± 0.02)g/cm³ for 5%wt - 550°C and the highest value of (2.26 ± 0.08)g/cm³ for 10%wt - 550°C. The composites with 10%wt manganese ore residue showed the highest values of mechanical strength for the most strains at both temperatures. The highest value was given for the sample sintered at 550°C for the strain of 40%wt (191.84 ± 26.37)MPa. In general, the samples showed good dispersion of the particles of manganese ore residue in the aluminum matrix phase, with no tendency to agglomerate. The rich phases in Mn, Al, Si, Ca and Fe were found in the microstructures of the samples.

Key-words: aluminum metal matrix composites, sintering, tailings.

LISTA DE SIMBOLOS

MO – Microscopia Ótica

EDS – *Energy Dispersive Spectrometer*

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

CMM – Compósito de matriz metálica

CMP – Compósito de matriz polimérica

CMO- Compósito de matriz orgânica

CMC – Compósito de matriz cerâmica

BET – Brunauer, Emmett e Teller

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Representação das variadas geometrias da fase dispersa: (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e, (e) orientação. | 5 |
| Figura 2 - Classificação dos vários tipos de compósitos. | 6 |
| Figura 3 - Mudanças que ocorrem durante o estágio inicial de sinterização. (a) Partículas iniciais, (b) rearranjo e (c) formação do pescoço. | 16 |
| Figura 4 - Mudanças que ocorrem durante o segundo estágio de sinterização. (a) Crescimento do pescoço e diminuição do volume, (b) alongamento dos contornos de grãos e (c) crescimento contínuo do pescoço e contorno de grão, diminuição do volume e crescimento de grãos. | 17 |
| Figura 5 - Curva esquemática dos três estágios da sinterização. | 17 |
| Figura 6 - Mudanças que ocorrem durante o estágio final de sinterização. (a) Crescimento de grãos com fase porosa descontínua, (b) crescimento de grãos com redução da porosidade e (c) crescimento de grãos com redução e eliminação da porosidade. | 18 |
| Figura 7 - Esquema do transporte de material por fase de vapor. | 19 |
| Figura 8 - Esquema do transporte de material no estado sólido. | 20 |
| Figura 9 - Fluxograma das condições de trabalho. | 23 |
| Figura 10 - Aspecto dos compósitos na barquinha após a sinterização. | 25 |
| Figura 11 - Forno tubular da marca Analógica utilizado na sinterização. | 26 |
| Figura 12 - Aspecto das amostras após a sinterização. | 26 |
| Figura 13 - Politriz metalográfica semiautomática, Minimet 1000, utilizada para o polimento mais fino das amostras. | 28 |
| Figura 14 - Microscópio eletrônico de varredura marca Jeol, modelo JSM 6510, utilizado para as análises de microestruturas e mapeamento de elementos químicos. | 29 |
| Figura 15 - Amostra posicionada para realização do ensaio de compressão. | 30 |
| Figura 16 - Distribuição granulométrica do pó de alumínio. | 33 |
| Figura 17 - Distribuição granulométrica do resíduo de minério de manganês. | 34 |
| Figura 18 - Difratoograma do pó de alumínio. | 34 |

| | |
|---|----|
| Figura 19 - Difratoograma do resíduo de minério de manganês. | 35 |
| Figura 20 – Valores de massa das amostras à verde para cada condição de trabalho antes das respectivas sinterizações. | 38 |
| Figura 21 - Relação entre perda de massa para cada condição de trabalho. | 38 |
| Figura 22 - Relação entre densidade geométrica a verde e após sinterização das amostras. ... | 40 |
| Figura 23 - (a) Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 40 |
| Figura 24 - (a) Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 41 |
| Figura 25 - (a) Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 41 |
| Figura 26 - (a) Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 41 |
| Figura 27 - (a) Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 42 |
| Figura 28 - (a) Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem. | 42 |
| Figura 29 - Porcentagem de porosidade para cada condição de trabalho. | 43 |
| Figura 30 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV. | 44 |
| Figura 31 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV. | 45 |
| Figura 32 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV. | 45 |
| Figura 33 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV. | 46 |
| Figura 34 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV. | 46 |

| | |
|---|----|
| Figura 35 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV..... | 47 |
| Figura 36 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS..... | 48 |
| Figura 37 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS..... | 49 |
| Figura 38 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS..... | 50 |
| Figura 39 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS..... | 51 |
| Figura 40 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS..... | 52 |
| Figura 41 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS..... | 53 |
| Figura 42 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C..... | 54 |
| Figura 43 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C..... | 54 |
| Figura 44 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C..... | 55 |
| Figura 45 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C..... | 55 |
| Figura 46 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C..... | 55 |
| Figura 47 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C..... | 56 |
| Figura 48 - Aspectos das amostras após os ensaios de compressão. (a) Alumínio puro, (b) Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, (c) Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C e (d) Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C..... | 57 |

| | |
|---|----|
| Figura 49 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional para o alumínio puro sinterizado: (a) 550°C e (b) 600°C. | 58 |
| Figura 50 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional dos compósitos sinterizados a 550°C: (a) Al-5% de resíduo de minério de manganês, (b) Al-10% de resíduo de minério de manganês e (c) Al-15% de resíduo de minério de manganês..... | 58 |
| Figura 51 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional dos compósitos sinterizados a 600°C: (a) Al-5% de resíduo de minério de manganês, (b) Al-10% de resíduo de minério de manganês e (c) Al-15% de resíduo de minério de manganês..... | 59 |
| Figura 52 – Curvas tensão versus porcentagem de resíduo de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C. Ensaio de compressão..... | 60 |
| Figura 53 – Curvas tensão versus porcentagem de resíduo de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C. Ensaio de compressão..... | 61 |
| Figura 54 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C. | 63 |
| Figura 55 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C..... | 63 |
| Figura 56 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C..... | 64 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 - Tipos de reforços e matrizes mais comuns utilizados nos CMMs. | 7 |
| Tabela 2 - Propriedades de metais comumente utilizados como matrizes metálicas em compósitos. | 9 |
| Tabela 3 - Classificação dos minérios de manganês em função do teor de manganês. | 11 |
| Tabela 4 - Classificação dos minérios de manganês em função do teor de manganês. | 12 |
| Tabela 5 - Classificação dos principais minerais de manganês. | 13 |
| Tabela 6 - Mecanismos de sinterização. | 18 |
| Tabela 7 - Indicadores e variáveis deste trabalho. | 31 |
| Tabela 8 - Composição química do pó de alumínio (% em peso). | 32 |
| Tabela 9 - Distribuição granulométrica do resíduo de minério de manganês. | 32 |
| Tabela 10 - Fases identificadas por difração de raios X. | 36 |
| Tabela 11 - Área superficial dos pós utilizados nos compósitos. | 37 |
| Tabela 12 - Área superficial das amostras sinterizadas. | 37 |
| Tabela 13 - Valores de densidade do alumínio puro e dos compósitos após sinterização (g/cm ³). | 39 |
| Tabela 14 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 36. | 48 |
| Tabela 15 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 37. | 49 |
| Tabela 16 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 38. | 50 |
| Tabela 17 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 39. | 51 |
| Tabela 18 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 40. | 52 |

| | |
|--|----|
| Tabela 19 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 41. | 53 |
|--|----|

SUMÁRIO

| | | |
|----------|---|----------|
| 1 | INTRODUÇÃO | 1 |
| 1.1 | Formulação do Problema..... | 1 |
| 1.2 | Justificativa..... | 2 |
| 1.3 | Objetivos..... | 3 |
| 1.3.1 | Geral | 3 |
| 1.3.2 | Específicos..... | 4 |
| 1.4 | Estrutura do Trabalho | 4 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 5 |
| 2.1 | Materiais compósitos | 5 |
| 2.1.1 | Compósitos reforçados com partículas grandes | 6 |
| 2.2 | A fase matriz..... | 7 |
| 2.2.1 | Compósitos com matriz metálica | 7 |
| 2.2.2 | Compósitos com matriz de polímero..... | 8 |
| 2.2.3 | Compósitos com matriz cerâmica | 8 |
| 2.3 | Matrizes metálicas | 8 |
| 2.3.1 | Compósitos com matriz de alumínio | 9 |
| 2.4 | Minério de Manganês | 11 |
| 2.4.1 | Mineralogia do Minério de Manganês..... | 12 |
| 2.5 | Homogeneização e lubrificação..... | 13 |
| 2.6 | Compactação | 13 |
| 2.6.1 | Estágios da compactação | 14 |
| 2.7 | Sinterização | 14 |
| 2.7.1 | Propriedades dos pós finos | 15 |
| 2.7.2 | Preparação para a sinterização..... | 15 |
| 2.7.3 | Estágios da sinterização..... | 16 |
| 2.7.4 | Mecanismos de sinterização | 18 |
| 2.7.5 | Mecanismo de difusão por transporte da fase vapor | 18 |
| 2.7.6 | Mecanismo de difusão no estado sólido..... | 19 |
| 2.7.7 | Sinterização com fase líquida..... | 20 |
| 2.7.8 | Sinterização na presença de uma fase líquida reativa..... | 21 |
| 2.7.9 | Atmosfera de sinterização | 21 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 3 | METODOLOGIA..... | 22 |
| 3.1 | Tipo de Pesquisa..... | 22 |
| 3.2 | Materiais e Métodos | 22 |
| 3.2.1 | Materiais | 22 |
| 3.2.2 | Condições de trabalho | 23 |
| 3.2.3 | Difração de raios X..... | 23 |
| 3.2.4 | Medição da distribuição de tamanhos das partículas dos pós | 24 |
| 3.2.5 | Homogeneização das misturas..... | 24 |
| 3.2.6 | Compactação | 24 |
| 3.2.7 | Sinterização | 25 |
| 3.2.8 | Área superficial BET | 27 |
| 3.2.9 | Preparação metalográfica das amostras..... | 27 |
| 3.2.10 | Análises das microestruturas por microscopia óptica, análise de imagem e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS)..... | 28 |
| 3.2.11 | Densidade aparente..... | 29 |
| 3.2.12 | Densidade geométrica..... | 30 |
| 3.2.13 | Ensaio de compressão | 30 |
| 3.3 | Variáveis e Indicadores | 31 |
| 3.4 | Instrumento de coleta de dados | 31 |
| 3.5 | Tabulação dos dados..... | 31 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 32 |
| 4.1 | Composição química e análise granulométrica | 32 |
| 4.2 | Difração de raios X..... | 34 |
| 4.3 | Área superficial - Método de BET | 36 |
| 4.4 | Perda de massa..... | 37 |
| 4.5 | Densidade geométrica..... | 39 |
| 4.6 | Análises de Imagem..... | 40 |
| 4.7 | Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Energia Dispersiva .. | 44 |
| 4.8 | Ensaio de Compressão | 56 |
| 4.8.1 | Comparação entre as temperaturas de sinterização | 62 |
| 5 | CONCLUSÕES..... | 65 |
| 5.1 | Recomendações para trabalhos futuros | 66 |
| | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 67 |

1 INTRODUÇÃO

1.1 Formulação do Problema

Segundo Callister (2012), o desenvolvimento e o avanço das sociedades têm relação direta com as habilidades dos seus membros em produzir e manipular os materiais para satisfazer suas necessidades. De modo que, é comum classificar as civilizações antigas de acordo com o seu nível de desenvolvimento em relação aos materiais, como por exemplo, Idade da Pedra, Idade do Bronze e Idade do Ferro.

Os materiais podem ser agrupados convenientemente como: metais, cerâmicos e polímeros. Essa classificação se baseia principalmente na composição química e na estrutura atômica, embora existam alguns materiais intermediários (CALLISTER, 2012).

Conforme Askeland & Wright (2015), a ideia de se desenvolver materiais intermediários como compósitos, seria a de combinar as propriedades de diferentes materiais. Desse modo, formado por dois ou mais materiais, os compósitos dão origem a propriedades que não seriam possíveis de serem encontradas em nenhum deles individualmente. A fabricação de ferramentas de corte duras, materiais leves, robustos, dúcteis e resistentes a altas temperaturas, são algumas propriedades que podem ser obtidas na produção dos compósitos.

O projeto de um compósito é realizado de modo que seja possível exibir uma combinação das melhores características dos seus materiais constituintes (CALLISTER, 2012).

Os materiais compósitos podem ser classificados de acordo com o material constituinte da sua matriz ou de acordo com a forma do constituinte do reforço. Quando a classificação é dada pela matriz, são denominados por compósitos com matriz orgânica (CMOs), compósitos com matriz metálica (CMMs) e compósitos com matriz cerâmica (CMCs). Quanto à segunda classificação, os compósitos podem ser reforçados com partículas, com fibras ou serem estruturais (METALS HANDBOOK, 2001; CALLISTER, 2012).

A atratividade no uso de metais como matrizes para compósitos se dá pela resistência à corrosão, alta resistência mecânica e tenacidade à fratura, bem como pela condutividade térmica. Com destaque para o alumínio, o magnésio e o titânio, devido à baixa massa específica e, o cobre, pela alta condutividade térmica. Desse modo, os compósitos de matriz metálica obtidos com reforço particulado podem apresentar uma série de vantagens, como

maior temperatura de uso em relação ao material da matriz, maior estabilidade térmica e melhor resistência ao desgaste (LEVY NETO & PARDINI, 2006).

A sinterização é um processo de união de um agregado de pós, que é utilizado para fazer corpos sólidos a partir de pó de metal, pó cerâmico e de algumas formas de partículas de polímeros. Este método deve ser utilizado quando for um recurso mais econômico de se fazer uma determinada peça com características de resistência mecânica e dureza interessantes. A sinterização de pós é um dos métodos mais satisfatórios para a confecção de compósitos (BROPHY *et al.*, 1972).

Sabe-se que existem inúmeros fatores na formulação dos compósitos que podem influenciar no seu resultado final, como as proporções dos constituintes e as condições de trabalho. Estudos preliminares de resíduos de minério de manganês mostraram que este material tem grande capacidade de aderência em outros materiais, fusão parcial acima de 1150°C, além de elevada resistência mecânica quando obtidos na forma de peças sinterizadas (SOUZA, 2015). Supõe-se que seja possível obter compósitos contendo esses resíduos com elevada resistência mecânica, utilizando matriz metálica de alumínio por sinterização. Para evitar mais uma variável no estudo, devido ao fato de o alumínio ser facilmente oxidado, propôs-se trabalhar com atmosfera de argônio. Tem-se, então, a seguinte pergunta problema:

Quais são as características de um compósito de alumínio com resíduos de minério de manganês sinterizados em atmosfera de argônio?

1.2 Justificativa

Com o surgimento dos compósitos como uma classe de materiais intermediários, durante a metade do século XX, uma grande variedade de combinações e propriedades que não podem ser exibidas por nenhuma liga metálica, cerâmica ou material polimérico monolítico convencional passaram a ser exibidas (CALLISTER, 2012).

Segundo Chawla (1987), é um consenso que o desenvolvimento tecnológico é dependente do avanço no campo dos materiais e que os materiais compósitos representam um grande salto nessa busca por propriedades cada vez melhores. Qualquer que seja o campo, a limitação final do avanço depende dos materiais.

Aviões e veículos aeroespaciais avançados dependem bastante dos compósitos. Por exemplo, o Boeing 787 utiliza polímero reforçado com fibras de carbono em muitos componentes estruturais, em vez de alumínio, aumentando a eficiência do combustível (ASKELAND & WRIGHT, 2015).

Segundo Chawla (1987), dado um projeto mais eficiente, como uma estrutura aeroespacial, um automóvel, um barco ou um motor elétrico, é possível desenvolver um material de acordo com as especificações de um projeto ótimo. Tais sistemas de materiais compósitos resultam em um desempenho inatingível pelos constituintes individuais, introduzindo assim, uma enorme fluidez na engenharia e estimulando a criação de materiais diferentes para cada aplicação.

Ainda existem desafios tecnológicos na ciência e engenharia dos materiais, apesar do grande progresso que tem sido obtido ao longo dos últimos anos, incluindo o desenvolvimento de materiais cada vez mais sofisticados e especializados, bem como o desenvolvimento de uma consciência ambiental causada pelo impacto da produção desses materiais (CALLISTER, 2012).

Existem muitos estudos que buscam resolver problemas de passivos ambientais. Sendo assim, a partir de estudos preliminares que se mostraram promissores, neste trabalho pretendeu-se dar uma aplicação aos resíduos de minério de manganês provenientes da mineração na forma de compósitos. Escolheu-se a matriz de alumínio devido a sua leveza e grande número de agentes de reforço utilizados em compósitos com esta matriz reportados na literatura. Então, resolveu-se investigar como esses resíduos se comportariam em uma matriz de alumínio, utilizando as porcentagens em massa de agente de reforço utilizados na literatura, quer seja, 5, 10 e 15%. Para evitar mais uma variável de estudo, a atmosfera de argônio foi utilizada devido à grande capacidade de oxidação do alumínio.

1.3 Objetivos

1.3.1 Geral

Obter compósitos com matriz de alumínio, por sinterização, em diferentes temperaturas em atmosfera de argônio.

1.3.2 Específicos

- Realizar um estudo bibliográfico sobre os compósitos e, em particular, o de matriz de alumínio.
- Caracterizar as amostras sinterizadas por densidade geométrica, microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS), difração de raios X, análise de imagem e ensaios de compressão.

1.4 Estrutura do Trabalho

Este trabalho está dividido em seis capítulos:

No primeiro capítulo é apresentada uma introdução ao estudo realizado, a formulação da pergunta problema, a justificativa para a elaboração do trabalho e os objetivos gerais e específicos.

No segundo capítulo, referente à Revisão Bibliográfica, é tratada a fundamentação teórica para posicionar o leitor acerca deste trabalho.

No terceiro capítulo são apresentados os Materiais e Métodos utilizados para a confecção das amostras e realização de ensaios.

No quarto capítulo são abordados os resultados obtidos e a discussão com embasamento teórico que visam explicar tais resultados.

No quinto capítulo são apresentadas as conclusões geradas com a realização deste trabalho.

No sexto capítulo são sugeridas recomendações para trabalhos futuros.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais compósitos

A necessidade de se produzir tecnologias modernas exige materiais com combinações não usuais de propriedades e que não podem ser atendidas pelas ligas metálicas, pelos materiais cerâmicos e pelos materiais poliméricos convencionais. Por definição, os compósitos são materiais multifásicos que exibem uma proporção das propriedades dos seus constituintes, de modo que é possível uma melhor combinação de propriedades comparada às propriedades das fases isoladamente (CALLISTER, 2012).

Conforme Askeland & Wright (2015), propriedades como resistência mecânica, densidade, desempenho em altas temperaturas, resistência à corrosão, dureza, condutividade e rigidez podem ser melhoradas com o uso dos compósitos associado a uma combinação de materiais.

Segundo Callister (2012), muitos materiais compósitos apresentam uma configuração bifásica, através de uma fase matriz que é contínua e envolve a fase dispersa. De modo que as propriedades dos compósitos são relacionadas com as propriedades das fases constituintes, quantidades relativas e características geométricas da fase dispersa, como forma e tamanho, distribuição e orientação das partículas, conforme exemplificado na Figura 1.

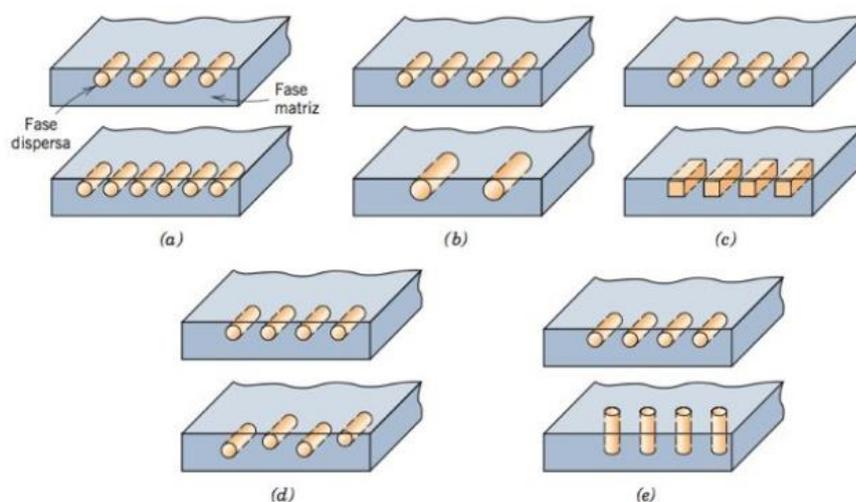


Figura 1 - Representação das variadas geometrias da fase dispersa: (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e, (e) orientação.

Fonte: Callister (2012).

Os materiais compósitos podem ser classificados de acordo com o material constituinte da sua matriz ou de acordo com a forma do constituinte do reforço. Quando a classificação é dada pela matriz, são denominados por compósitos com matriz orgânica (CMOs), compósitos com matriz metálica (CMMs) e compósitos com matriz cerâmica (CMCs). Quanto a segunda classificação, os compósitos podem ser reforçados com partículas, com fibras ou serem estruturais, como ilustrado na Figura 2 (METALS HANDBOOK, 2001; CALLISTER, 2012).



Figura 2 - Classificação dos vários tipos de compósitos.
Fonte: Callister (2012).

2.1.1 Compósitos reforçados com partículas grandes

Os compósitos reforçados com partículas podem ser classificados como: compósitos com partículas grandes e os compósitos reforçados por dispersão. A diferença está no fato de o termo “grande” ser usado para indicar que as interações partícula-matriz não podem ser tratadas no nível atômico ou molecular (CALLISTER, 2012).

Ainda segundo Callister (2012), na maioria desses compósitos a fase particulada é mais dura e mais rígida do que a fase matriz e deve suportar uma fração da carga aplicada que será transferida pela matriz, além de limitar o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. Portanto, o grau de reforço dependerá de uma ligação forte na interface matriz-partícula e das características geométricas das partículas, como dimensão e distribuição homogênea ao longo de toda matriz.

2.2 A fase matriz

2.2.1 Compósitos com matriz metálica

Nos compósitos de matriz metálica (CMM), a matriz é um metal dúctil e permite que o compósito opere em temperaturas próximas à fusão do metal. Quando comparado aos materiais cerâmicos, os materiais metálicos apresentam maiores valores de densidade, tenacidade e menores valores de módulo de elasticidade, ponto de fusão e resistência à abrasão (CALLISTER, 2012; FOGAGNOLO, 2000).

Dentre os compósitos de matriz metálica, se destacam aqueles que combinam metais com baixa densidade, dentre outras características, como ligas de alumínio, titânio, níquel, magnésio, cromo e molibdênio, ideais para aplicações estruturais na busca de materiais leves e resistentes (MOURISCO, 1995). Na Tabela 1, estão apresentados alguns dos principais materiais utilizados como matriz e reforço na fabricação de CMMs.

Tabela 1 - Tipos de reforços e matrizes mais comuns utilizados nos CMMs.

| Reforço | Forma | Matriz |
|--------------------|---|----------------|
| Alumina | Fibras contínuas e descontínuas | Al, Mg |
| Carbeto de silício | Fibras contínuas, whiskers e partículas | Al, Mg, Ti, Cu |
| Boro | Fibras contínuas | Al, Ti |
| Carbeto de boro | Partículas | Al, Mg, Cu |
| Grafite | Fibras contínuas | Al, Mg, Cu |
| Carbeto de titânio | Partículas | Ti, Cu |
| Nióbio-titânio | Fios | Cu |
| Tungstênio | Fios | Superligas |

Fonte: Adaptado de Mourisco (1995).

As superligas, assim como as ligas de alumínio, magnésio, titânio e cobre, são empregadas como materiais de matriz. As indústrias aeroespaciais e automotivas também usam CMMs. Suas aplicações estruturais incluem compósitos avançados com matriz metálica em liga de alumínio (CALLISTER, 2012; ASKELAND & WRIGHT, 2015).

2.2.2 Compósitos com matriz de polímero

Os compósitos com matriz de polímero (CMPs) são compostos por uma resina polimérica como a fase matriz e fibras como o meio de reforço. Esses materiais são usados na mais ampla diversidade de aplicações em estruturas aeronáuticas e automotivas em função da facilidade de fabricação e baixo custo, possibilitados pela sua baixa densidade e baixo ponto de fusão (CALLISTER, 2012; FOGAGNOLO, 2000).

2.2.3 Compósitos com matriz cerâmica

Os compósitos com matriz cerâmica (CMC) têm destaque devido ao seu potencial como material estrutural em temperaturas elevadas e são mais leves do que os compósitos de matriz metálica para uso em altas temperaturas. Embora muitas vezes associados a um alto custo de aquisição (ASKELAND & WRIGHT, 2015).

Ainda segundo Fogagnolo (2000), características como alto ponto de fusão, alta dureza, alto módulo de elasticidade e alta resistência à corrosão são propriedades que tornam essa classe de materiais atrativa para aplicações estruturais. Entretanto, muitas vezes limitada tecnologicamente pela baixa tenacidade e baixa confiabilidade em serviço.

2.3 Matrizes metálicas

A atratividade do uso de metais como matrizes para compósitos se dá pela resistência à corrosão, alta resistência mecânica e tenacidade à fratura, bem como pela condutividade térmica, com destaque para o alumínio, o magnésio e o titânio, devido à baixa massa específica, e o cobre, pela alta condutividade térmica (LEVY NETO & PARDINI, 2006).

As matrizes mais comumente utilizadas na preparação de compósitos são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Propriedades de metais comumente utilizados como matrizes metálicas em compósitos.

| | Massa específica (g/cm³) | Ponto de fusão (°C) | Resistência à tração (MPa) | Módulo elástico (GPa) | Condutividade térmica (W/m.K) |
|-----------------------|--|----------------------------|-----------------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| Alumínio (Al) | 2,8 | 660 | 310 | 70 | 170 |
| Cobre (Cu) | 8,9 | 1080 | 340 | 115 | 390 |
| Berílio (Be) | 1,9 | 1280 | 620 | 120 | 150 |
| Magnésio (Mg) | 1,7 | 650 | 280 | 40 | 75 |
| Aço | 7,8 | 1460 | 2070 | 210 | 29 |
| Tungstênio (W) | 19,4 | 3410 | 1520 | 410 | 168 |
| Titânio (Ti) | 4,4 | 1650 | 1170 | 110 | 7 |

Fonte: Adaptado de LEVY NETO & PARDINI (2006).

Nos compósitos de matriz metálica, a maior facilidade no processamento se dá em materiais que possuem menor temperatura de fusão, como o alumínio e o magnésio. Porém, ligas a base de aço e titânios são utilizadas quando são exigidas aplicações a altas temperaturas ($T > 1.000^{\circ}\text{C}$) e que envolvam fadiga térmica (LEVY NETO & PARDINI, 2006).

2.3.1 Compósitos com matriz de alumínio

A elevada utilização do alumínio no desenvolvimento de novos materiais e a vasta aplicação industrial se deve à sua baixa densidade, alta ductilidade e, portanto, alta conformabilidade. Além de elevada relação resistência/densidade, como já apresentado nas Tabelas 1 e 2. As principais vantagens da utilização de compósitos com matriz de alumínio estão relacionadas com os benefícios da redução de peso e aumento de desempenho quando comparados às ligas ferrosas, sobretudo no setor de transporte, na indústria automobilística e aeronáutica (FOGAGNOLO, 2000).

Existe uma variedade de trabalhos que abordam a utilização do alumínio como material metálico utilizado na matriz, e na maioria dos estudos são utilizados carboneto de

silício e óxido de alumínio como constituinte de reforço, uma vez que são materiais bastante utilizados pela indústria cerâmica por apresentarem elevados módulo de elasticidade e dureza.

Fogagnolo (2000) fez um estudo de reforço de alumínio AA6061 com Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 utilizando moagem de alta energia, compactação e extrusão. Observou aumentos de até 100% no limite de resistência à tração e na dureza. Os compósitos obtidos apresentaram uma microestrutura extremamente refinada, diminuição do tamanho e arredondamento das partículas de reforço.

Mourisco (1995) trabalhou com alumínio puro (ASTM 1100) utilizando partículas de SiC nas proporções mássicas de 5%, 10% e 15% e em tamanhos médios de $5\mu\text{m}$ e $10\mu\text{m}$. Com o aumento da proporção mássica de SiC no compósito estudado, observou uma maior concentração de aglomerados, diminuição da densidade, bem como maiores limites de escoamento e resistência, além de menor alongamento e estrição.

Barbosa *et al.* (2000) homogeneizaram pó de alumínio (AA 1100) e pó de carbetto de silício (SiC) como reforço com proporção mássica de 20% utilizando moagem de alta energia. Foi observada uma distribuição uniforme das partículas de carbetto de silício na matriz com poucos aglomerados nos compósitos obtidos.

Ferreira (2017) analisou a fabricação de compósitos de matriz metálica, via metalurgia do pó, com matriz de alumínio reforçada em 10% em peso com nano partículas magnéticas de óxido de ferro com adição de partículas de Cu , Ni , B , Mo , Si e Al_2O_3 visando à melhoria nas propriedades mecânicas, elétricas e magnéticas do material estudado. Foi constatada uma boa distribuição do reforço e interação reforço/matriz.

Araujo Filho *et al.* (2014) prepararam compósitos de matriz metálica de liga de alumínio AA2124 com reforço particulado de pós de nitreto de silício (Si_3N_4) fabricados via metalurgia do pó pelo processo de moagem de alta energia. Foi observado pelas análises via MEV boa inserção e distribuição da fase cerâmica do reforço na matriz sem aglomerações.

Rahimian *et al.* (2010) analisaram o tamanho das partículas e a quantidade de alumina na microestrutura de compósitos de matriz de alumínio obtidos por metalurgia do pó. As partículas de reforço de 3, 12 e $48\mu\text{m}$ foram adicionadas em proporções mássicas de 5, 10 e 20%. Foi observado que a densidade relativa dos compósitos decrescia com o aumento da proporção de alumina utilizada por conta da sua menor compressibilidade. Além disso, percebeu-se uma tendência à aglomeração nas amostras contendo 20% de alumina. A

presença de reforço aumentou a tensão de escoamento para todos os tamanhos de partículas utilizados.

2.4 Minério de Manganês

Segundo Abreu (1973), a existência dos recursos minerais num certo território é uma decorrência dos fenômenos geológicos que decorreram ali num passado remoto, com os minerais presentes nas rochas, mas nem sempre em condições econômicas de extração.

O manganês, que pertence à família do ferro, tem número atômico 25 e massa atômica 54,94 e é encontrado na natureza na forma de óxidos, hidróxidos, silicatos, carbonatos e sulfetos.

O minério de manganês é um recurso natural que apresenta destaque no Brasil. Atualmente vem ganhando muita importância devido à diversidade de aplicações como na produção de aços e ferros ligas, assim como na produção de pilhas eletrolíticas, cerâmicas, ligas especiais, produtos químicos e outros. Além disso, o conhecimento mais aprofundado do minério vem se tornando fundamental para o aprimoramento dos diversos processos produtivos (FARIA, 2008).

Alguns autores desenvolveram classificações para o minério de manganês em função dos teores de manganês e demais elementos. Nas Tabelas 3 e 4 são fornecidas classificações dos minérios de manganês em função do teor de manganês.

Tabela 3 - Classificação dos minérios de manganês em função do teor de manganês.

| Classificação | Teor de Mn (%) |
|------------------------------|-----------------------|
| Minério de manganês | Mn>35 |
| Minério ferruginoso | 15<Mn<35 |
| Minério de ferro manganífero | 5<Mn<10 |

Fonte: Olsen (2007).

Tabela 4 - Classificação dos minérios de manganês em função do teor de manganês.

| Classificação | Teor de Mn (%) | Características |
|----------------------|-----------------------|---|
| Alto teor | Mn>46 | Destinado ao mercado doméstico. |
| Médio teor | 34<Mn<42 | - |
| Ferromanganês | 29<Mn<36 | Teor de ferro se aproxima de 30%, o de sílica e de alumínio não supera 20%. |
| Ferro com manganês | Sem especificações | Teor de ferro superior ao de manganês. |
| Protominério | Teores muito baixos | Material com inviabilidade de concentração. |

Fonte: Abreu (1973).

2.4.1 Mineralogia do Minério de Manganês

A mineralogia do minério de manganês é variada e complexa. Existem mais de 300 minerais que contêm manganês, mas apenas uma pequena parte possui uma quantidade significativa do elemento e são, portanto, constituintes dos minérios de maior valor agregado (OLSEN, 2007).

Os minerais de manganês ocorrem normalmente na forma de óxidos, hidróxidos, silicatos e carbonetos. Os principais minerais de manganês e suas respectivas fórmulas químicas estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Classificação dos principais minerais de manganês.

| Óxidos | | Hidróxidos | |
|-----------------------------|--|------------------------------|---|
| Critomelana | $\text{KMn}_8\text{O}_{16}$ | Manganita | $\text{MnO}(\text{OH})$ |
| Pirolusita | MnO_2 | Grautita | $\text{MnO}(\text{OH})$ |
| N-sutita | MnO_2 | Pirocroita | $\text{Mn}(\text{OH})_2$ |
| Hollandita | $\text{BaMn}_8\text{O}_{16}$ | Litioforita | $(\text{Li}, \text{Al})\text{MnO}_2(\text{OH})_2$ |
| Birnessita | MnO_2 | Psilomelana | $\text{BaMn}_5\text{O}_{10}\text{H}_2\text{O}$ |
| Bixbyita | Mn_2O_3 | Todorokita | $[(\text{Na}, \text{Ca}, \text{K})_2\text{Mn}_6\text{O}_{12} \cdot (\text{H}_2\text{O})]$ |
| Jacobisita | $(\text{Mn}, \text{Fe})\text{O}_4$ | Silicatos Anidros | |
| Hausmannita | Mn_3O_4 | Rodonita | MnSiO_3 |
| Manganosita | MnO | Piroxmangita | MnSiO_3 |
| | | Tefroíta | Mn_2SiO_4 |
| Silicatos Hidratados | | Espessartita | $\text{Mn}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ |
| Bemetita | $(\text{Mn}, \text{Mg}, \text{Fe})_6\text{Si}_4(\text{O}, \text{OH})_{18}$ | Braunita | $(\text{Mn}, \text{Si})_2\text{O}_3$ |
| Neotocita | $(\text{Mn}, \text{Fe})\text{SiO}_3 \cdot n \text{H}_2\text{O}$ | Carbonatos e Sulfetos | |
| | | Rodocrosita | MnCO_3 |
| | | Alabandita | MnS |

Fonte: Gonçalves e Serfaty (1976)

2.5 Homogeneização e lubrificação

A homogeneização é uma operação de mistura de dois ou mais pós de composições químicas distintas com a finalidade de aumentar o contato entre as partículas. O resultado da homogeneização vai depender de vários fatores, como o tamanho e a forma das partículas, como será abordado no tópico 2.7.1. Esse processo procura assegurar resultados uniformes e consistentes para que seja evitada a segregação de um dos pós da mistura. O intervalo de tempo adequado para essa operação pode variar de poucos minutos a horas (CHIAVERINI, 1992 e KINGERY, 1976).

A lubrificação se dá com o objetivo de reduzir o atrito entre o compactado comprimido e as paredes dos componentes da matriz utilizada na compactação dos pós (CHIAVERINI, 1992).

2.6 Compactação

Segundo Chiaverini (1992), na compactação ocorre a primeira etapa de consolidação da metalurgia do pó com o objetivo de compactar o pó utilizado na forma projetada. Dessa

forma, esse processo irá conferir as dimensões finais, ou próximas das finais, já que podem ocorrer alterações no produto após o processo de sinterização.

Além disso, é nessa etapa que será conferida a resistência à verde ao compactado, bem como resistência mecânica para o manuseio posterior e o contato entre as partículas de pó para que a sinterização seja realizada de modo mais eficiente (CHIAVERINI, 1992).

2.6.1 Estágios da compactação

Segundo Chiaverini (1992), pode-se dividir a etapa de compactação através de três estágios considerando os processos mais comumente utilizados. No primeiro estágio ocorre um rearranjo das partículas de pó, de modo a eliminar parcialmente os vazios. A segunda etapa envolve a deformação plástica das partículas, processo dependente das características do pó como sua ductilidade, compressibilidade e porosidade. No terceiro estágio ocorre a quebra em fragmentos menores das partículas de pó que ficaram frágeis devido aos encruamentos dos processos anteriores.

2.7 Sinterização

A sinterização é um dos métodos mais antigos de fabricação e é usado para fazer corpos sólidos a partir de pó de metal, pó cerâmico e de algumas partículas de polímeros (BROPHY *et al.*, 1972; CALLISTER, 2012; ASKELAND & WRIGHT, 2015).

Segundo Barboza *apud* Silva (2017), essa é uma etapa de fundamental importância da técnica da metalurgia do pó, já que constitui a fase final de consolidação dos pós metálicos, iniciada após a compactação. A sinterização no estado sólido consiste no aquecimento dos compactados à verde a temperaturas abaixo do ponto de fusão do metal ou do principal constituinte considerado; sob controle do intervalo de tempo, temperatura e meio ambiente. Como resultado do processo de sinterização, o material adquire propriedades desejadas, tais como resistência mecânica e dureza.

Entre os materiais que a sinterização de pós oferece um método satisfatório de manufatura estão os compósitos. Além disso, estão os metais com alto ponto de fusão, como tungstênio, tântalo, molibdênio, nióbio e a maioria dos cerâmicos (BROPHY *et al.*, 1972).

2.7.1 Propriedades dos pós finos

Segundo Brophy *et al.* (1972), a forma como o material se adequa ao processo de sinterização depende das propriedades do seu pó e do modo de manufaturá-lo. Pós metálicos podem ser produzidos de vários modos: como um processo original de refino, por fratura mecânica e moagem ou atomização.

Conforme Brophy *et al.* (1972), outro fator relevante para o processo de sinterização é o tamanho das partículas (granulometria). O seu tamanho varia de $0,5\mu\text{m}$ a cerca de $200\mu\text{m}$. Sendo que a distribuição do tamanho das partículas afeta as propriedades da peça sinterizada. O volume de massa de pó com tamanho uniforme de partículas é normalmente ocupado por cerca de metade pelas próprias partículas e o restante pelos espaços entre elas. Se adicionado partículas menores, essas ocuparão primeiro os espaços vazios. Dessa forma, uma amostra de pó com tamanho misto apresenta maior densidade aparente que uma amostra de tamanho único. Ao passo que, se for desejável um produto poroso, deve-se usar partículas esféricas de mesmo tamanho ou variando pouco.

A relação entre área superficial ou superfície específica e o volume da partícula tem grande importância na operação de sinterização. Conforme Chiaverini (1992), essa característica afeta a forma como as partículas irão se comportar com as demais partículas e o meio circunvizinho, que se inicia nas suas superfícies. Dessa forma, à medida que a partícula se afasta da esfericidade e que a rugosidade aumenta, a relação entre área superficial e volume da partícula aumenta significativamente.

2.7.2 Preparação para a sinterização

A preparação do pó para a sinterização normalmente envolve prensagem ou consolidação, que tem a finalidade de provocar um contato íntimo entre as partículas adjacentes, além de consolidar o pó no formato adequado, nível de porosidade desejado, bem como dar resistência mecânica adequada para o manuseio do compactado (BROPHY *et al.*, 1972; GOMES *apud* SILVA, 2017).

Segundo Brophy *et al.* (1972), o método escolhido para a preparação do pó dependerá de alguns fatores, como sua forma e compressibilidade que são influenciados pela forma como se produziu o pó e da sua resistência mecânica.

A principal propriedade que afeta a compactação é a compressibilidade do pó, pois através dela será determinada a pressão exercida pelo ferramental para se chegar à densidade da peça desejada (TORRES *et al. apud* SILVA, 2017).

2.7.3 Estágios da sinterização

A sinterização é frequentemente pensada em etapas. Ocorrem mudanças físicas à medida que as partículas se ligam e a porosidade desaparece. O estágio inicial que envolve o rearranjo das partículas consiste em um leve movimento de rotação das partículas adjacentes para formar pontos de contato (RICHERSON, 1992). Dessa forma, haverá o início da formação de pescoço através da difusão nos pontos de contato, arredondamento dos poros e contração dos agregados de pó envolvendo aproximação de partículas. As mudanças durante o primeiro estágio da sinterização podem ser visualizadas na Figura 3.

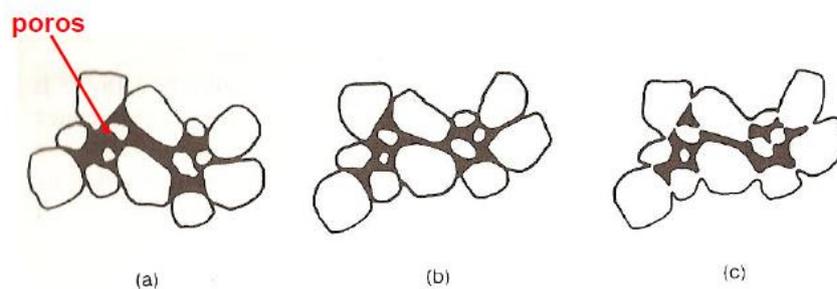


Figura 3 - Mudanças que ocorrem durante o estágio inicial de sinterização. (a) Partículas iniciais, (b) rearranjo e (c) formação do pescoço.

Fonte: ASM International (1990).

Após o estágio inicial da sinterização ocorre a sinterização intermediária. As mudanças físicas que ocorrem durante a segunda fase de sinterização são ilustradas na Figura 4. Nesse estágio, ocorre o crescimento do pescoço, onde o tamanho dos pontos de contato cresce e a porosidade decresce. As partículas maiores, agora chamadas de grãos crescem consumindo os grãos menores. Isso permite mudanças de geometria necessárias para acomodar o crescimento do pescoço e a remoção da porosidade até que os poros se tornem isolados. A maior parte do encolhimento durante a sinterização ocorre nesse estágio, como ilustrado na Figura 5 (RICHERSON, 1992).

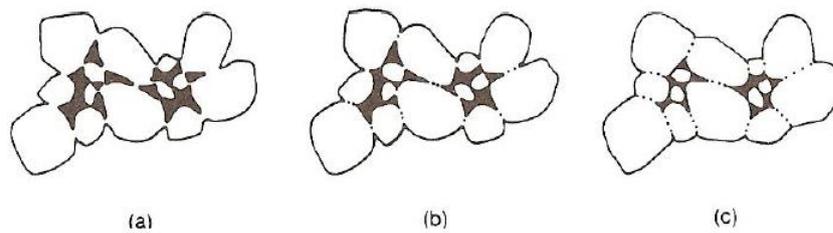


Figura 4 - Mudanças que ocorrem durante o segundo estágio de sinterização. (a) Crescimento do pescoço e diminuição do volume, (b) alongamento dos contornos de grãos e (c) crescimento contínuo do pescoço e contorno de grão, diminuição do volume e crescimento de grãos.

Fonte: ASM International (1990).

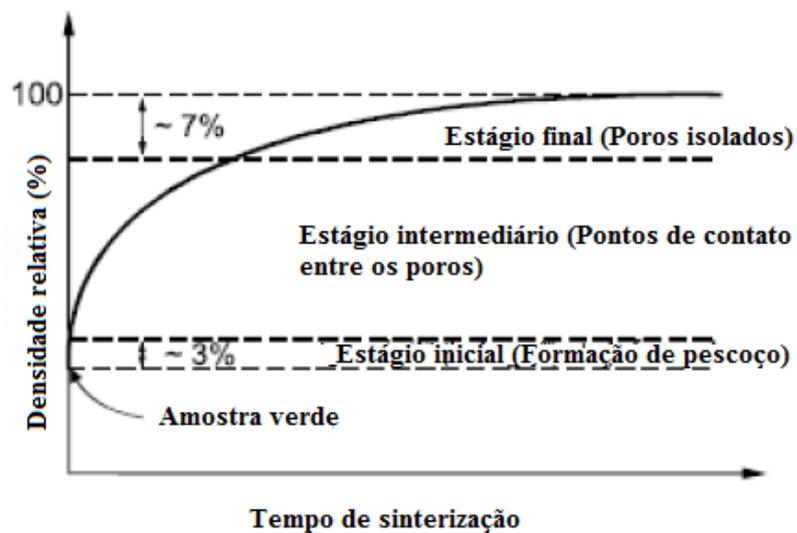


Figura 5 - Curva esquemática dos três estágios da sinterização.

Fonte: Adaptado de German (1984).

O crescimento muito acelerado de grão pode fazer com que o seu contorno se mova mais rápido que os poros e que dessa forma o poro fique isolado dentro de um grão, diminuindo a chance de ser eliminado. Portanto, o crescimento do grão deve ser bem controlado para alcançar uma máxima remoção da porosidade. As mudanças físicas que ocorrem durante o estágio final de sinterização estão exemplificadas na Figura 6.

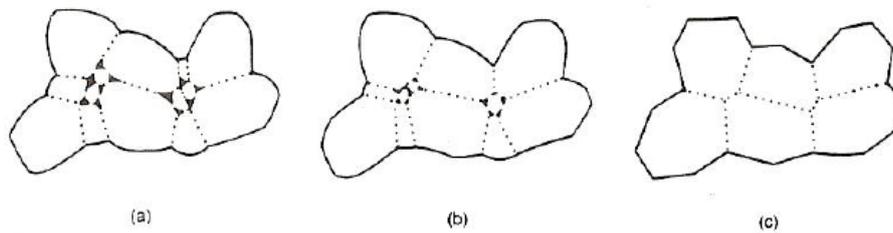


Figura 6 - Mudanças que ocorrem durante o estágio final de sinterização. (a) Crescimento de grãos com fase porosa descontínua, (b) crescimento de grãos com redução da porosidade e (c) crescimento de grãos com redução e eliminação da porosidade.

Fonte: ASM International (1990).

2.7.4 Mecanismos de sinterização

A sinterização pode ocorrer devido a uma variedade de mecanismos, como listados na Tabela 6.

Tabela 6 - Mecanismos de sinterização

| Caminhos de difusão | Mecanismo de transporte de material | Condução de energia |
|---------------------|--|--|
| Fase vapor | Evaporação – Condensação | Diferenças na pressão de vapor |
| Fase sólida | Difusão | Diferenças na energia livre ou potencial químico |
| Fase líquida | Escoamento viscoso, difusão | Pressão capilar, tensão superficial |
| Líquido reativo | Escoamento viscoso, solução – precipitação | Pressão capilar, tensão superficial |

Fonte: Adaptado de Richerson (1992).

2.7.5 Mecanismo de difusão por transporte da fase vapor

No mecanismo de difusão por fase vapor no processo de sinterização, o transporte de massa ocorre pela diferença de pressão entre a superfície das partículas (superfície convexa) e a formação de uma pequena área de menor pressão de vapor na junção entre partículas, ou

seja, no pescoço (superfície côncava). Quando há desprendimento de componentes voláteis na superfície da partícula, estes voláteis podem se deslocar para a região de menor pressão formada por partículas adjacentes. Neste caso não ocorre densificação, pois o tamanho dos poros é preservado, como ilustrado na Figura 7 (KINGERY, 1976 e RICHERSON, 1992).

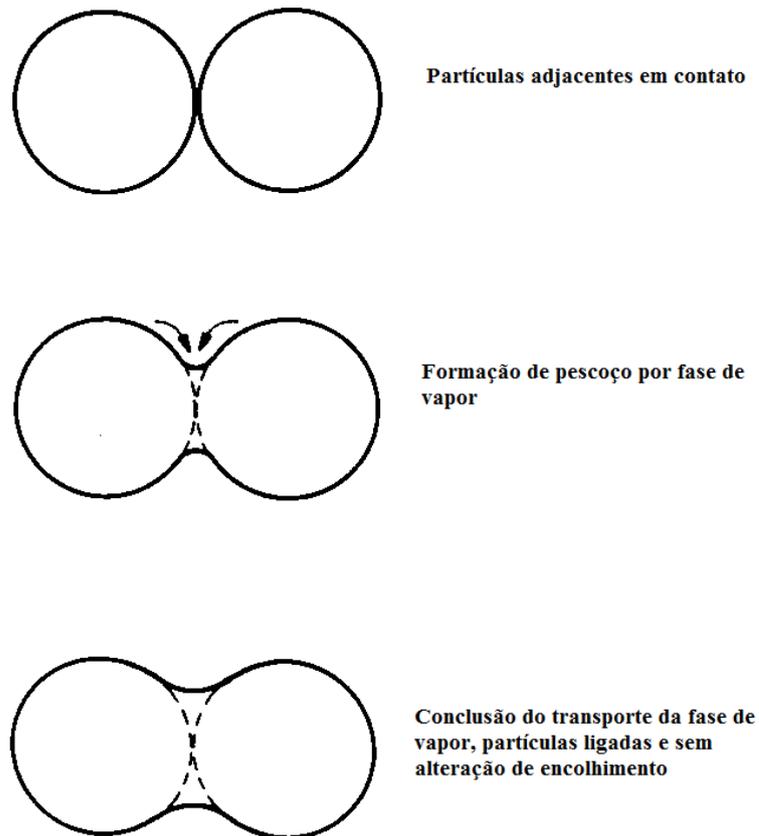


Figura 7 - Esquema do transporte de material por fase de vapor.
Fonte: Adaptado de Richerson (1992).

2.7.6 Mecanismo de difusão no estado sólido

O mecanismo de difusão no estado sólido envolve o transporte de material por difusão de volume no processo de sinterização, como demonstrado na Figura 8. A difusão pode ocorrer através do escoamento viscoso ou plástico de um sólido, por difusão volumétrica a partir da região de contato entre as partículas para o pescoço e por difusão no contorno de grão entre as mesmas regiões. Difusão de volume resultará em contração, enquanto a difusão superficial (como o transporte por fase de vapor) não resultará em densificação (RICHERSON, 1992; BROPHY *et al.*, 1972).

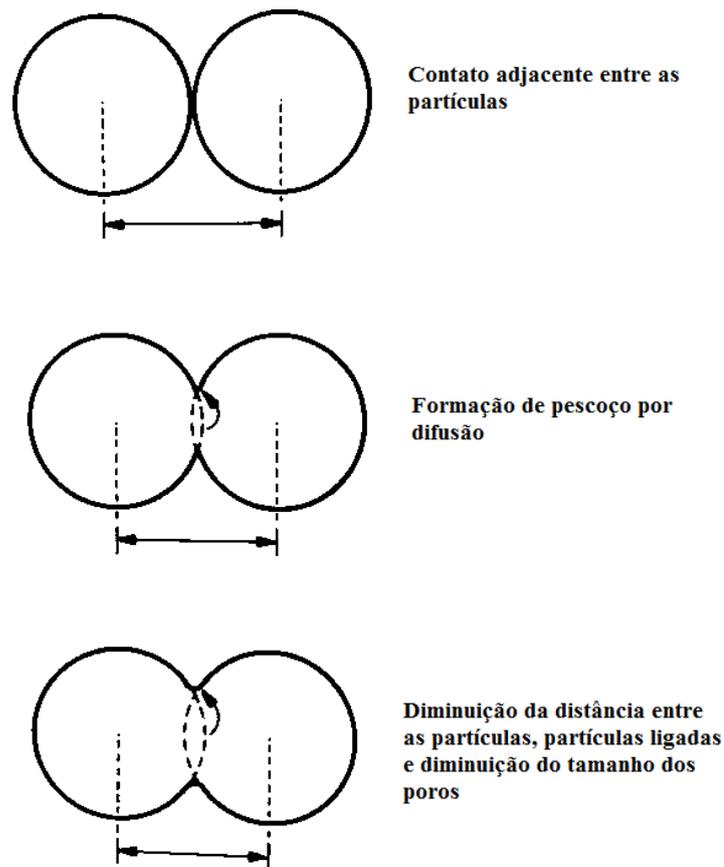


Figura 8 - Esquema do transporte de material no estado sólido.
 Fonte: Adaptado de Richerson (1992).

2.7.7 Sinterização com fase líquida

A sinterização na presença de uma fase líquida envolve a presença de um líquido na temperatura de sinterização e é o principal mecanismo de aceleração da densificação. Fatores como tamanho da partícula, viscosidade e tensão superficial controlam a taxa de sinterização. Os dois últimos fatores são fortemente afetados pela composição química e temperatura (RICHERSON, 1992).

Segundo Richerson (1992), a sinterização com a presença de uma fase líquida se dá de forma mais efetiva quando o líquido penetra de forma completa entre as partículas na temperatura de sinterização e se movimenta por efeito de capilaridade, o que favorece a densificação. Alguns fatores que levam a uma grande variedade de microestruturas na sinterização por fase líquida incluem o tamanho das partículas, a quantidade de líquido presente na temperatura de sinterização e o ciclo de resfriamento.

2.7.8 Sinterização na presença de uma fase líquida reativa

A sinterização na presença de uma fase líquida reativa acontece com a presença de um líquido similar à que ocorre na sinterização em fase líquida, mas nesse caso, o líquido ou muda de composição química ou desaparece à medida que o processo se desenvolve, ou após o seu término (RICHERSON, 1992).

2.7.9 Atmosfera de sinterização

A atmosfera (composição do gás) no forno pode resultar em efeitos notórios ou sutis na sinterização devido à sua interação com o material em processo. Os efeitos mais evidentes estão relacionados com condições de oxidação e redução (RICHERSON, 1992).

As atmosferas mais utilizadas nos processos de sinterização são: hidrogênio, nitrogênio, mistura de hidrogênio-nitrogênio, CO₂, CO, argônio ou hélio e vácuo (BROPHY *et al.*, 1972, KINGERY, 1976).

3 METODOLOGIA

3.1 Tipo de Pesquisa

Gil (2002) afirma que a pesquisa explicativa “têm como preocupação central identificar os fatores que determinam ou que contribuem para ocorrência de fenômenos”, e ainda que “o conhecimento científico está assentado nos resultados oferecidos pelos estudos explicativos”. Portanto, trata-se de um trabalho explicativo que visou ao estudo de compósitos de alumínio reforçado com resíduos de minério de manganês identificando como as variáveis do processo influenciaram nas propriedades físicas e mecânicas desses materiais.

A abordagem deste trabalho foi de cunho predominantemente quantitativo, uma vez que se propôs obter e caracterizar os compósitos estudados.

Em relação ao procedimento técnico utilizado, este trabalho pode ainda ser classificado como uma pesquisa bibliográfica e experimental. Segundo Gil (2002), “a pesquisa bibliográfica é desenvolvida a partir de material já elaborado, constituído principalmente de livros e artigos científicos” e “a pesquisa experimental consiste em determinar um objeto de estudo, selecionar as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definir as formas de controle e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto”.

3.2 Materiais e Métodos

3.2.1 Materiais

Para a obtenção dos compósitos foram utilizados pó de alumínio ($D_{90}=135,04\mu\text{m}$), fornecido pela ALCOA e resíduos de finos de minério de manganês com granulometria menor que $454,87\mu\text{m}$.

A matriz utilizada para a compactação das amostras à verde dos compósitos foi de aço temperado, SAE 4340, com diâmetro interno de 6mm. A altura média das amostras foi de aproximadamente 7mm.

3.2.2 Condições de trabalho

As proporções mássicas de resíduos de minério de manganês utilizadas neste trabalho foram de 5%, 10% e 15%.

Para cada condição de trabalho foram obtidas cinco amostras, totalizando, no fim, trinta amostras, como ilustrado na Figura 9. Três amostras foram utilizadas para os ensaios de compressão, uma para análise da microestrutura por microscopia e uma como reserva. Pós de alumínio puro, para referência de estudo, também foram compactados e sinterizados nas temperaturas de 550°C e 600°C durante 2h.



Figura 9 - Fluxograma das condições de trabalho.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

3.2.3 Difração de raios X

A difração de raios X foi uma das técnicas utilizadas de caracterização dos pós de alumínio e do resíduo de minério de manganês. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Microscopia Óptica e Difração de Raios X do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

Um difratômetro com tubo de cobre e filtro de níquel da marca PanAlytical, modelo X'Pert³ Powder, foi utilizado. O software utilizado para a coleta de dados foi o Data Colector e o software High Score Plus foi utilizado para o tratamento de dados.

3.2.4 Medição da distribuição de tamanhos das partículas dos pós

A fim de se conhecer a distribuição de tamanhos das partículas do resíduo de minério de manganês utilizado neste trabalho, fez-se peneiramento em duplicata nas malhas de 300, 212, 150, 106, 75, 53 e 38 μ m da série Tyler. Os tamanhos das partículas dos pós de alumínio e do resíduo de minério de manganês abaixo de 38 μ m foram mensurados em um granulômetro a laser da marca Cilas, modelo 1064, do Laboratório de Propriedades Interfaciais do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.5 Homogeneização das misturas

As massas dos pós de alumínio e do resíduo de minério de manganês foram mensuradas em uma balança de precisão de quatro casas decimais, da marca Sartorius, modelo LA2305.

A primeira etapa do trabalho consistiu na homogeneização das misturas do pó em um gral de ágata. A homogeneização foi realizada a seco durante uma hora. Em cada realização desse procedimento, foi homogeneizada uma quantidade suficiente para se obter dez amostras.

Estes procedimentos foram realizados no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.6 Compactação

Após a homogeneização, uma massa de 0,48g de mistura foi utilizada para compactação de cada amostra à verde.

Primeiramente, a matriz foi lubrificada com pó de carvão mineral ativado com o auxílio do próprio êmbolo. O pó do compósito foi cuidadosamente colocado na matriz por meio de um funil de vidro e comprimido manualmente pelo êmbolo de modo leve. Então, a parte superior e o êmbolo da matriz foram novamente lubrificados com o carvão mineral ativado.

Com o êmbolo devidamente encaixado, a matriz foi posicionada numa prensa hidráulica da marca Nowak. A carga aplicada pela máquina foi de 0,5tf que, sobre as amostras

de diâmetro de 6mm, equivale a uma pressão de compactação de 173,48MPa. O intervalo de tempo de compactação para cada amostra foi de um minuto.

Após a compactação da mistura, cada amostra foi removida da matriz com o auxílio de outra peça do seu conjunto devidamente lubrificada. Posteriormente à remoção das amostras, o êmbolo foi retirado manualmente e o excesso de pó que não havia sido compactado também foi removido para não aderir à matriz.

Estes procedimentos foram realizados no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.7 Sinterização

Para o processo de sinterização foram utilizadas duas barquinhas de alumina. Em cada barquinha foram posicionadas quinze amostras, ou seja, totalizando três condições de trabalho em cada barquinha, como ilustrado na Figura 10.



Figura 10 - Aspecto dos compósitos na barquinha após a sinterização.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

As barquinhas foram inseridas em um forno tubular da marca Analógica, Figura 11, programado para realizar a sinterização em atmosfera de argônio à taxa de aquecimento de 5°C/min até 550°C, com patamar de 2h. De modo análogo, o procedimento foi realizado para

a sinterização a 600°C durante 2h. O resfriamento das amostras foi realizado dentro do forno. De forma mais detalhada, o aspecto das amostras sinterizadas pode ser visto na Figura 12.

Estes procedimentos foram realizados no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.



Figura 11 - Forno tubular da marca Analógica utilizado na sinterização.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

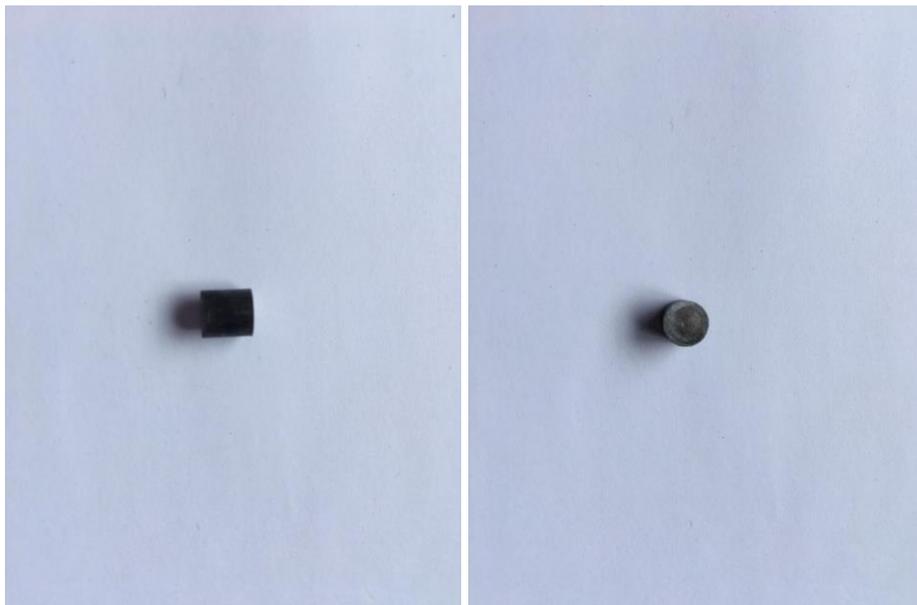


Figura 12 - Aspecto das amostras após a sinterização.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

3.2.8 Área superficial BET

Uma amostra de cada condição de trabalho foi destinada ao Laboratório de Propriedades Interfaciais do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto para ensaios de área superficial BET.

Foi utilizado o gás nitrogênio para a adsorção física de moléculas sobre os corpos sólidos estudados, e o porosímetro Quantachrome NOVA 1200e Surface Area & Pore Size Analyzer para realização dos ensaios.

3.2.9 Preparação metalográfica das amostras

Para a captação de imagens e análise das microestruturas dos compósitos, foi selecionada uma amostra de cada condição de trabalho para ser embutida, lixada e polida.

Para os embutimentos, foi utilizada uma resina epóxi e catalisador da marca Epoxiglass, em proporção de 2:1. Com as amostras devidamente posicionadas em um molde de borracha, a resina e o catalisador foram homogeneizados. A mistura foi despejada nos moldes que foram colocados em um dessecador sob vácuo durante 15 minutos. Após esse intervalo de tempo, uma válvula foi fechada, o compressor que fazia o vácuo foi desligado e as amostras permaneceram dentro do recipiente por 24h até a cura completa da resina.

Os lixamentos e os polimentos foram realizados em um mesmo equipamento, lixadeira/politriz, modelo Aropol 2V, da marca Arotec. Para o lixamento, foram utilizadas lixas de carbetto de silício de números 320, 400, 600 e 1200. Já para o polimento, foram usados panos com alumina de 1 μ m e pasta de diamante de 1 μ m e 1/4 μ m. Para o polimento em panos com pasta de diamante foi utilizado o lubrificante concentrado vermelho da marca Arotec, próprio para materiais cerâmicos.

Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

O acabamento final foi realizado com polimento numa politriz semiautomática, Minimet 1000, da marca Buehler, Figura 13. O intervalo de tempo de polimento foi de 10min, sem carga e velocidade de 25rpm utilizando sílica coloidal como agente polidor.

Estes ensaios foram realizados no laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Ouro Preto.



Figura 13 - Politriz metalográfica semiautomática, Minimet 1000, utilizada para o polimento mais fino das amostras.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

3.2.10 Análises das microestruturas por microscopia óptica, análise de imagem e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS)

Inicialmente, as microestruturas das amostras foram observadas e fotografadas utilizando um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M, do Laboratório de Metalografia e Ensaio Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

Para análises das microestruturas e mapeamento dos elementos químicos presentes foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Microanálises do Departamento de Engenharia Geológica da Universidade Federal de Ouro Preto, da marca Jeol, modelo JSM 6510, Figura 14, com o acoplamento de um sistema EDS da marca Oxford, modelo X-Max 20. As imagens foram obtidas por sinais de elétrons retroespalhados (BSE) e elétrons secundários (SE) com ampliação de 150x, 200x, 700x e 1000x.

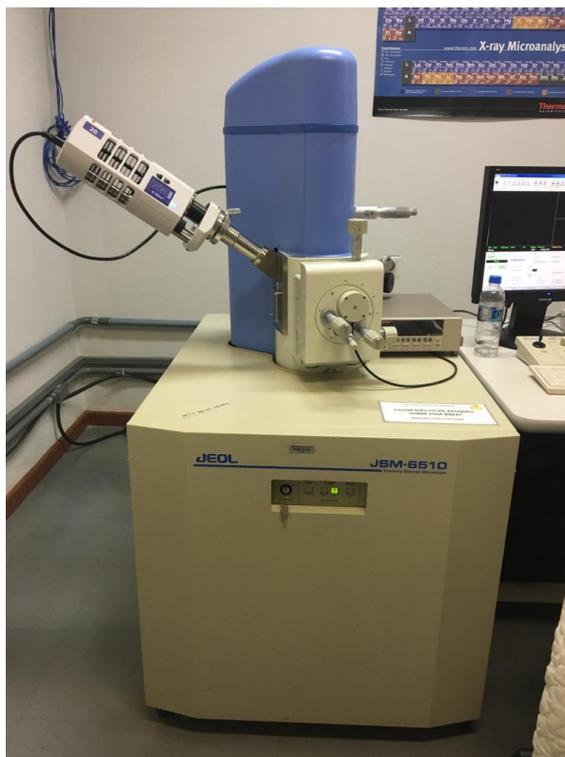


Figura 14 - Microscópio eletrônico de varredura marca Jeol, modelo JSM 6510, utilizado para as análises de microestruturas e mapeamento de elementos químicos.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Para as análises de imagem foram coletadas 10 imagens na secção transversal para cada condição de trabalho utilizando um aumento de 200X, a fim de se determinar a porcentagem de porosidade das amostras. Para tanto, foi utilizado um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M, acoplado a uma câmera interligada a um computador. As análises de imagem foram feitas utilizando o software Analysis da Olympus.

Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Metalografia e Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.11 Densidade aparente

Uma amostra de cada condição de trabalho foi destinada ao Laboratório de Propriedades Interfaciais do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto para os ensaios de densidade aparente.

3.2.12 Densidade geométrica

Com o auxílio de um paquímetro digital, da marca Mitutoyo, foram mensurados, antes e após a etapa de sinterização, os valores da altura e diâmetro das amostras em três diferentes pontos de referência. Estes ensaios foram realizados em todas as amostras à verde e sinterizadas. A partir do cálculo da média das três medições foram obtidos os valores médios da altura e do diâmetro de cada amostra permitindo calcular seu volume.

As massas das amostras também foram mensuradas em uma balança analítica da marca Sartorius. Por fim, todos os dados foram tabulados e, a partir do cálculo da razão da massa pelo volume, foi possível obter os valores de densidade geométrica de cada amostra.

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.13 Ensaio de compressão

Os ensaios de compressão foram realizados no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG), em uma máquina de ensaios universal da marca Time Group, modelo WDW40, com célula de carga de 10t, modelo DBSL-SJ-10t, marca Transcell Technology Inc., Figura 15. A taxa de deformação utilizada foi de $5,55 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Para cada condição de trabalho, foram ensaiadas três amostras e os resultados foram apresentados pela média e desvio padrão. Os ensaios foram encerrados quando a carga aplicada atingia o valor de aproximadamente 25kN.



Figura 15 - Amostra posicionada para realização do ensaio de compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

3.3 Variáveis e Indicadores

Na Tabela 7 estão apresentados os indicadores utilizados para definir e mensurar as variáveis deste trabalho.

Tabela 7 - Indicadores e variáveis deste trabalho.

| Variáveis | Indicadores |
|----------------|---|
| Sinterização | Proporção mássica dos resíduos de finos de minério de manganês Temperatura |
| Caracterização | Área superficial BET Microscopia óptica Análise de imagem MEV/EDS Difração de raios X Densidade geométrica Densidade aparente Ensaio de compressão |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

3.4 Instrumento de coleta de dados

Gil (2002) afirma que “a coleta de dados na pesquisa experimental é feita mediante a manipulação de certas condições e a observação dos efeitos produzidos”. Portanto, o instrumento e coleta de dados que descreve este trabalho é a observação direta.

3.5 Tabulação dos dados

Os dados adquiridos como resultados dos ensaios realizados neste trabalho foram manipulados com o auxílio do software Microsoft Excel.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Composição química e análise granulométrica

A composição química do alumínio, utilizado como a fase matriz dos compósitos de Al-resíduo de minério de manganês estudados neste trabalho, foi fornecida pela ALCOA. Na Tabela 8 está apresentada a porcentagem em peso de cada elemento químico presente.

Tabela 8 - Composição química do pó de alumínio (% em peso).

| Al | Fe | Si | Outros metais |
|--------|-------|-------|---------------|
| 99,70% | 0,21% | 0,05% | 0,02% |

Fonte: ALCOA (2016) e Barros (2016).

A distribuição de tamanho das partículas do resíduo de minério de manganês, conforme abertura de peneiras da série Tyler, está apresentada na Tabela 9 com os respectivos valores de massa retidos em cada peneira.

Tabela 9 - Distribuição granulométrica do resíduo de minério de manganês.

| Abertura (mm) | Massa Retida (g) | Massa Retida Duplicata (g) | Média (g) | Massa Retida Acumulada (g) | % Retida Simples | % Retida Acumulada | % Retida Acumulada Menor |
|--------------------|------------------|----------------------------|-----------|----------------------------|------------------|--------------------|--------------------------|
| 300 | 2,16 | 1,95 | 2,06 | 2,06 | 4,34 | 4,34 | 95,66 |
| 212 | 1,51 | 1,51 | 1,51 | 3,57 | 3,19 | 7,53 | 92,47 |
| 150 | 3,42 | 3,38 | 3,40 | 6,97 | 7,18 | 14,72 | 85,28 |
| 106 | 6,44 | 6,4 | 6,42 | 13,39 | 13,56 | 28,28 | 71,72 |
| 75 | 9,85 | 10,18 | 10,02 | 23,40 | 21,16 | 49,44 | 50,56 |
| 53 | 5,25 | 5,52 | 5,39 | 28,79 | 11,38 | 60,82 | 39,18 |
| 38 | 10,65 | 10,78 | 10,72 | 39,50 | 22,64 | 83,46 | 16,54 |
| -38 | 7,5 | 8,16 | 7,83 | 47,33 | 16,54 | 100,00 | 0,00 |
| Massa Total | 46,78 | 47,88 | 47,33 | | 100,00 | | |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

De forma gráfica, nas Figuras 16 e 17 estão apresentadas as distribuições granulométricas dos pós de alumínio e do resíduo de minério de manganês. A partir da curva

granulométrica da Figura 16, constatou-se que $D_{90}=135,04\mu\text{m}$ para as partículas de pó de alumínio, o que significa que 90% do material está abaixo dessa granulometria. Já para o resíduo de minério de manganês, Figura 17, esse valor foi $D_{90}= 454,87\mu\text{m}$.

Dessa forma, trata-se de um compósito reforçado com partículas grandes. Segundo Callister (2012), na maioria desses compósitos a fase particulada é mais dura e mais rígida do que a fase matriz e deve suportar uma fração da carga aplicada que será transferida pela matriz, além de limitar o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula. Portanto, o grau de reforço dependerá de uma ligação forte na interface matriz-partícula e das características geométricas das partículas, como dimensão e distribuição homogênea ao longo de toda a matriz.

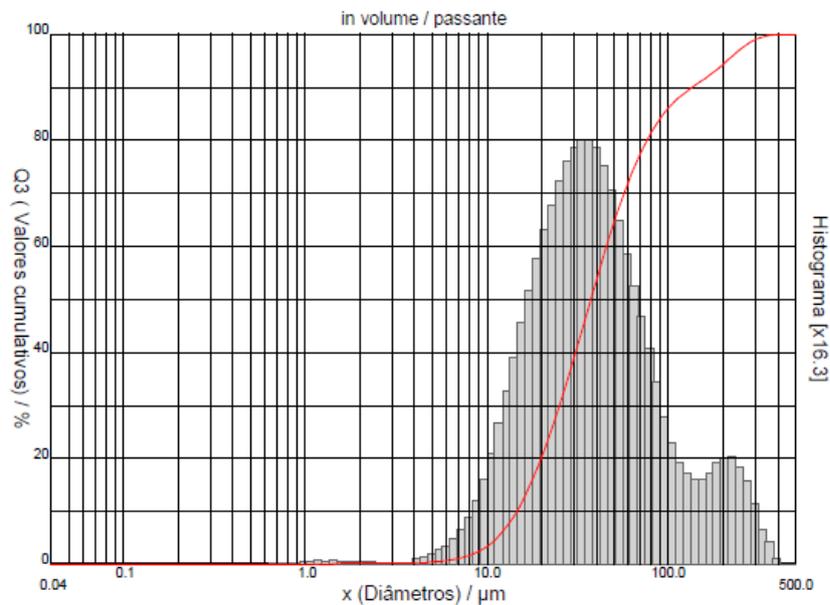


Figura 16 - Distribuição granulométrica do pó de alumínio.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

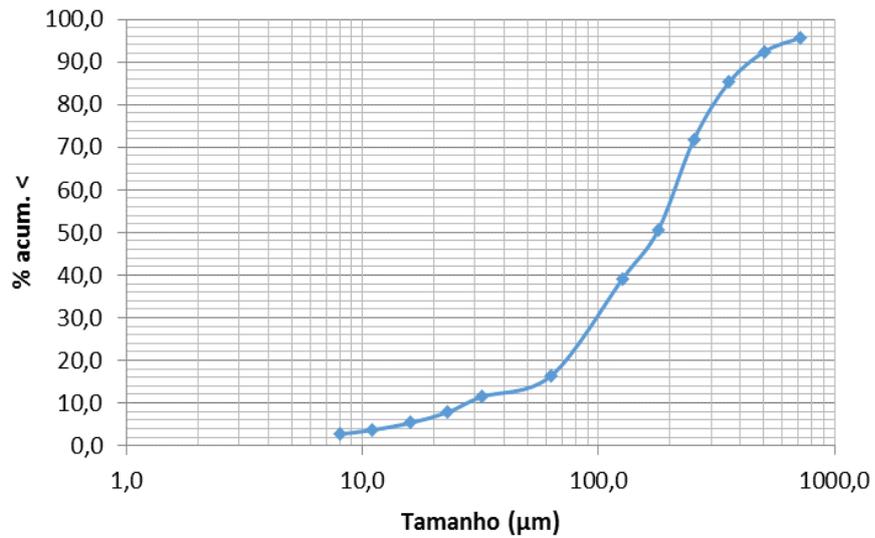


Figura 17 - Distribuição granulométrica do resíduo de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

4.2 Difração de raios X

Os difratogramas gerados nos ensaios de difração de raios X do pó de alumínio e para o resíduo de minério de manganês estão apresentados nas Figuras 18 e 19, respectivamente. Percebe-se que em relação ao pó de alumínio, todos os picos foram identificados como sendo provenientes de alumínio e, portanto, trata-se de um pó com relativa pureza.

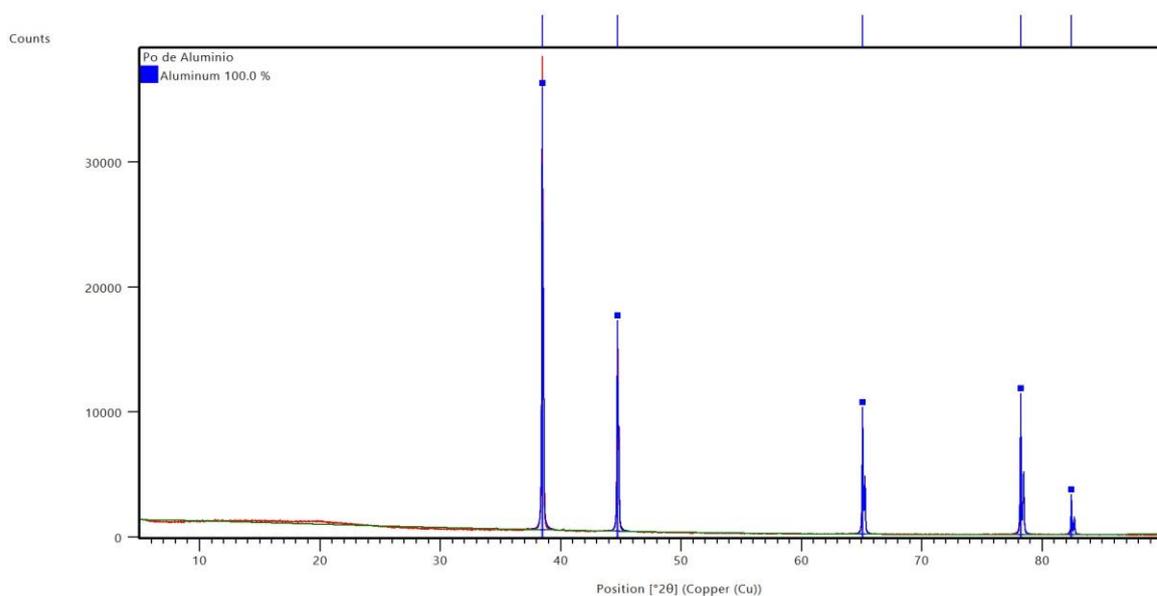


Figura 18 - Difratograma do pó de alumínio.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Em relação ao resíduo de minério de manganês, o difratograma apresentou vários picos. Devido ao fato de o resíduo utilizado nos experimentos ser sílico-carbonatado, foi observada a presença de fases contendo silício, manganês ou magnésio e outros elementos químicos, como está demonstrado na Tabela 10.

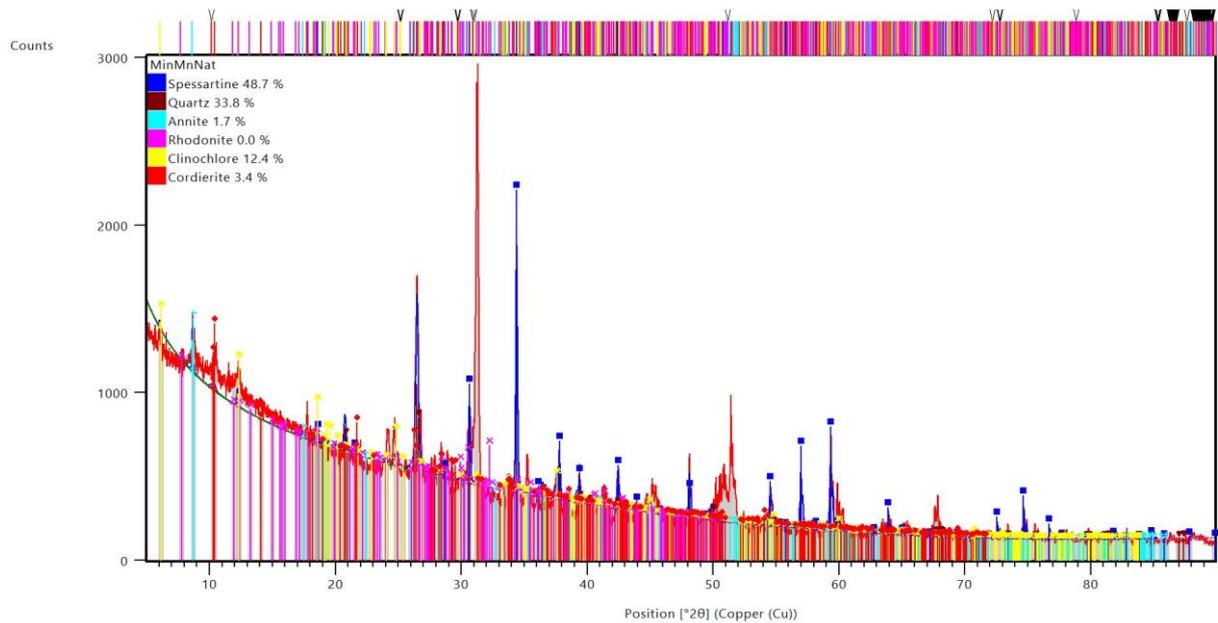


Figura 19 - Difratograma do resíduo de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 10 - Fases identificadas por difração de raios X.

| Nome | Fórmula |
|--------------|--|
| Espessartita | $Mn_3Al_2(SiO_4)_3$ |
| Rodocrosita | $MnCO_3$ |
| Quartzo | SiO_2 |
| Clinocloro | $(Mg,Fe^{2+})_5Al(Si_3Al)O_{10}(OH)_8$ |
| Annita | $KFe_3^{2+}AlSi_3O_{10}(OH,F)_2$ |
| Rutilo | TiO_2 |
| Cordierita | $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

4.3 Área superficial - Método de BET

Nas Tabelas 11 e 12 estão apresentados os valores de área superficial dos pós utilizados, bem como das amostras sinterizadas.

Por se tratar de um material cerâmico, a área superficial do resíduo é bem maior que do alumínio na forma de pó (Tabela 11). Sabe-se que um metal fundido tem área superficial próxima de zero. Portanto, esse valor de área superficial do alumínio se justifica pela forma de pó como ele se apresenta. Em linhas gerais, apesar da pequena variação de valores (Tabela 12), nota-se que a maior temperatura de sinterização, 600°C, foi mais efetiva em termos de sinterização para uma mesma proporção mássica de mistura, pois os valores de área superficial foram menores, com exceção da proporção mássica de 15% de reforço. Neste caso, acredita-se que a maior quantidade de partículas proporcionou menor área de contato e dificultou a adesão entre as partículas e a matriz (KINGERY, 1976 e BROPHY, 1972).

Tabela 11 - Área superficial dos pós utilizados nos compósitos.

| Amostras | Área Superficial (m²/g) |
|--------------------------------|---|
| Pó de Alumínio | 1,312 |
| Resíduo de minério de manganês | 4,995 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 12 - Área superficial das amostras sinterizadas.

| Amostras | Área Superficial (m²/g) |
|-----------------|---|
| 5%-550°C | 3,135 |
| 5%-600°C | 1,973 |
| 10%-550°C | 2,784 |
| 10%-600°C | 2,178 |
| 15%-550°C | 2,220 |
| 15%-600°C | 2,540 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

4.4 Perda de massa

Na Figura 20, estão apresentados os valores de massa das amostras à verde antes das respectivas sinterizações. Devido ao fato de o resíduo de minério de manganês ser mais denso que o alumínio, nota-se que as amostras com maior quantidade de resíduo de minério de manganês são mais pesadas. Os maiores desvios padrões de cada condição de trabalho se justificam pelas diferentes massas mensuradas de cada amostra nos experimentos. Este fato está relacionado com as operações de despejar os pós, compactar e retirar as amostras da matriz produzindo corpos sólidos com diferentes massas em cada momento.

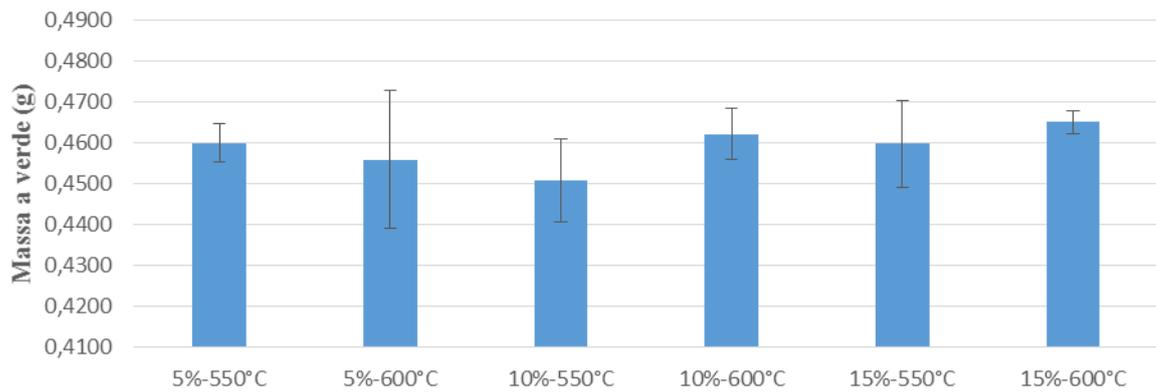


Figura 20 – Valores de massa das amostras à verde para cada condição de trabalho antes das respectivas sinterizações.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Os valores de perda de massa obtidos para cada condição de trabalho e para o alumínio puro estão apresentados na Figura 21. Nota-se que há uma maior perda de massa à medida que a proporção mássica de resíduo de minério de manganês foi aumentada nos compósitos. Assim como quando a temperatura de sinterização passou de 550°C para 600°C. Acredita-se que este fato está relacionado à evaporação e perda de material volátil das amostras. Como o desvio padrão não variou muito por condição de trabalho, conclui-se que o comportamento das cinco amostras foi bem semelhante. Ainda, faz-se interessante frisar que a precisão da balança utilizada nestas medições resultou em dados mais precisos e que a proporção mássica de 5% de reforço não influenciou significativamente nos resultados, nem mesmo em comparação com as amostras à verde.

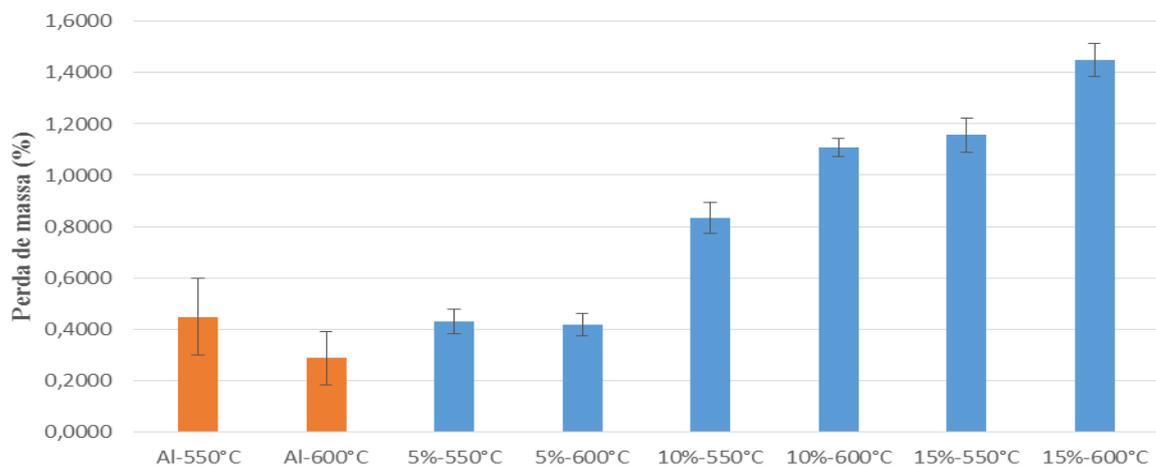


Figura 21 - Relação entre perda de massa para cada condição de trabalho.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

4.5 Densidade geométrica

Na Tabela 13 estão apresentados os valores de densidade geométrica obtidos para cada condição de trabalho e para o alumínio puro. Percebe-se que com a redução de massa dos compósitos após a sinterização, houve uma ligeira diminuição dos valores de densidade quando a temperatura de trabalho foi de 550°C para 600°C para cada condição mássica, exceto para 5% de reforço.

Tabela 13 – Valores de densidade do alumínio puro e dos compósitos após sinterização (g/cm³).

| <i>Alumínio puro</i> | | <i>Temperatura de Sinterização</i> | | |
|----------------------------|----------------------------|------------------------------------|---------------|---------------|
| | | 550°C | 600°C | |
| | | (2,10 ± 0,08) | (2,16 ± 0,14) | |
| Compósitos | | | | |
| | Amostras Verdes | <i>Temperatura de Sinterização</i> | | |
| | | 550°C | 600°C | |
| | <i>Al-5%Minério de Mn</i> | (2,19 ± 0,04) | (2,18 ± 0,02) | (2,19 ± 0,05) |
| | <i>Al-10%Minério de Mn</i> | (2,26 ± 0,08) | (2,26 ± 0,08) | (2,23 ± 0,09) |
| <i>Al-15%Minério de Mn</i> | (2,29 ± 0,04) | (2,25 ± 0,04) | (2,24 ± 0,04) | |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Nota-se pela Figura 22, que houve um aumento dos valores de densidade geométrica dos compósitos, de maneira geral, quando a proporção mássica de resíduo de minério de manganês utilizada foi acrescida de 5% para 15%. Faz-se interessante destacar que todas as amostras sinterizadas apresentaram-se mais leves que as amostras à verde. Considerando os desvios padrões, as condições de sinterização que apresentaram maiores valores de densidade foram com 10% e 15% de reforço. Acredita-se que no processo de sinterização houve uma contração de volume das amostras com a perda de massa dos produtos voláteis, por isso o aumento dos valores de densidade. Conforme supracitado, devido à precisão da balança analítica utilizada, os valores de perda de massa são mais precisos.

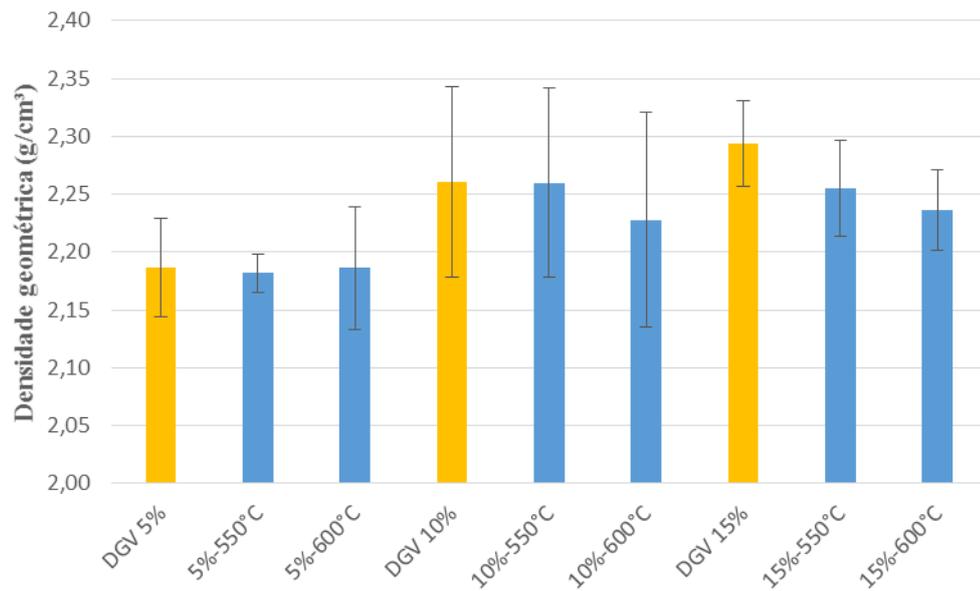


Figura 22 - Relação entre densidade geométrica a verde e após sinterização das amostras.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

4.6 Análises de Imagem

Os resultados das análises de imagem para todas as condições de trabalho estão apresentados nas Figuras 23 a 28. No processo de binarização, as imagens de cada microestrutura foram convertidas em uma escala de três cores. Cada cor representa uma fase, sendo a preta, a porosidade da amostra, a verde, as partículas de reforço e a vermelha, a matriz de alumínio.

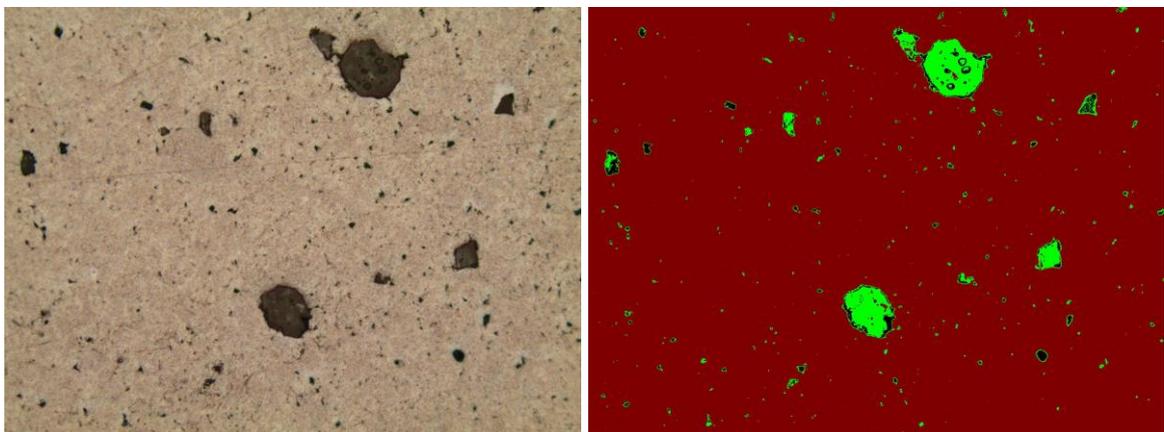


Figura 23 - (a) Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

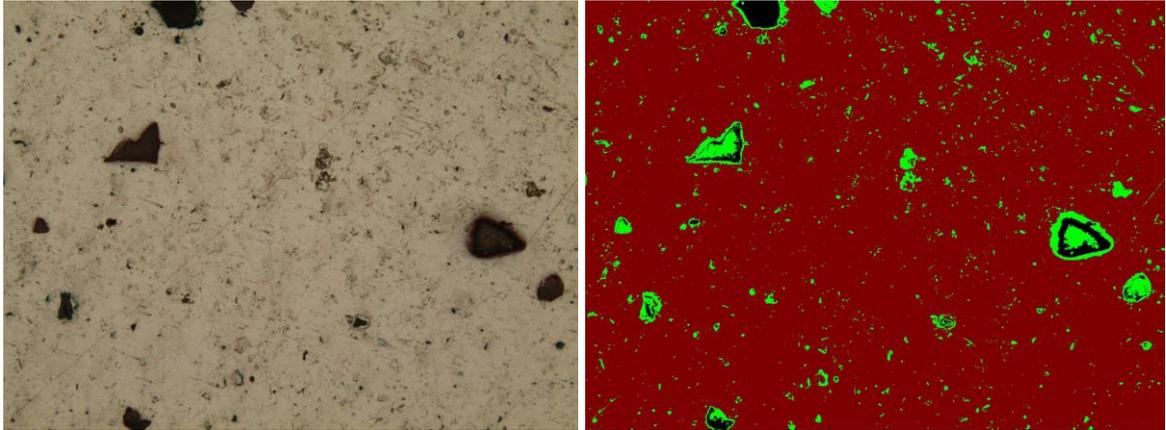


Figura 24 - (a) Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

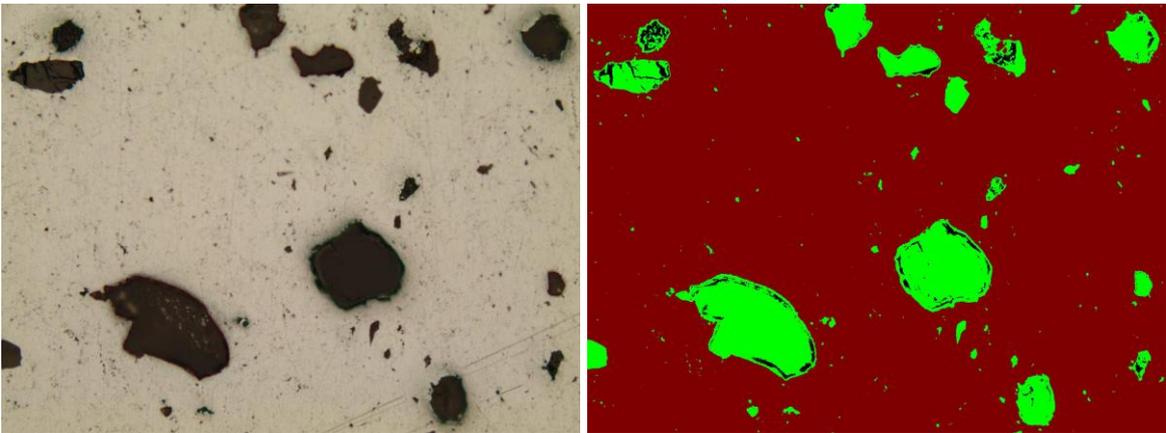


Figura 25 - (a) Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

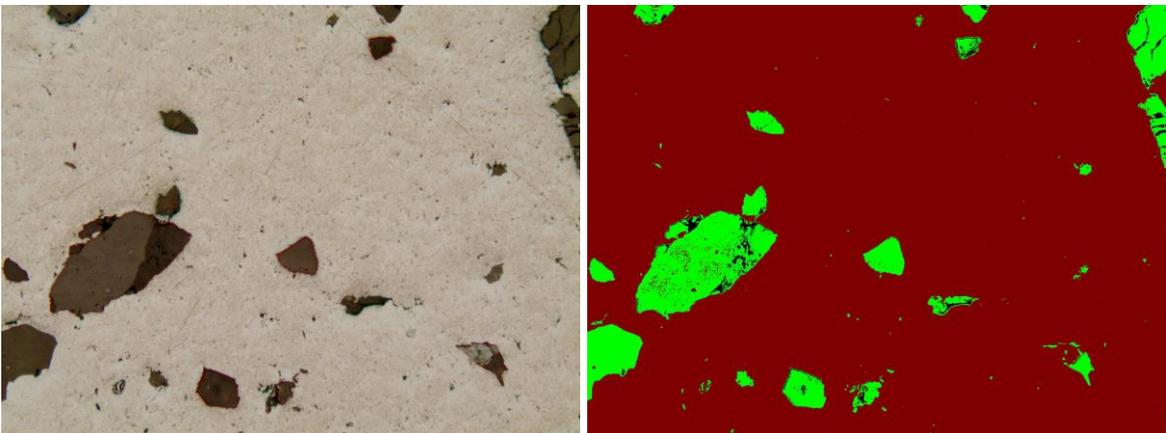


Figura 26 - (a) Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

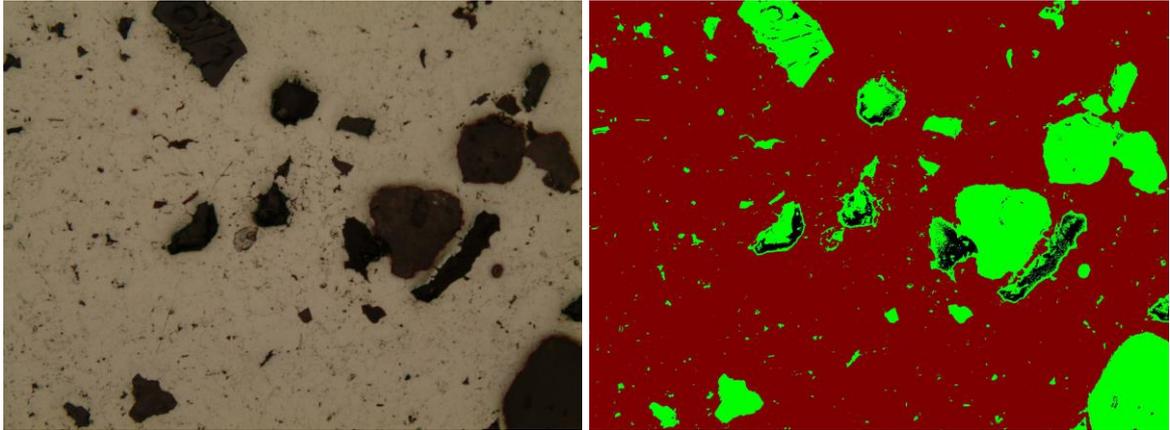


Figura 27 - (a) Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C observada em MO e (b) binarização da imagem.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

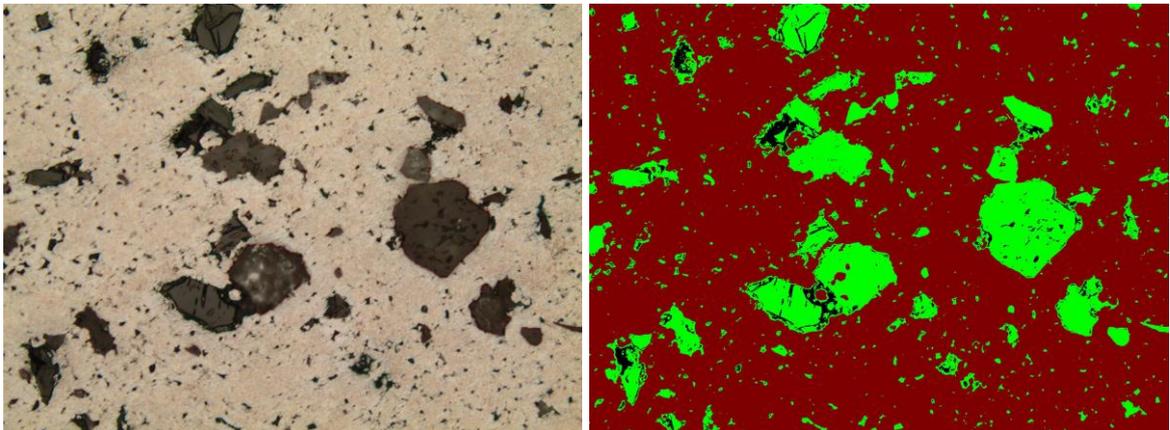


Figura 28 - (a) Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C observada em MO e (b) binarização da imagem.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

As porcentagens de porosidade de cada condição de trabalho podem ser observadas na Figura 29. As amostras analisadas apresentaram baixa porosidade, com uma tendência de aumento dessa descontinuidade à medida que a proporção de resíduo de minério de manganês passou de 5% para 15%, com o menor valor médio para 5%-550°C ($0,57 \pm 0,21$)% e o maior para 15%-600°C ($1,58 \pm 0,38$)%.

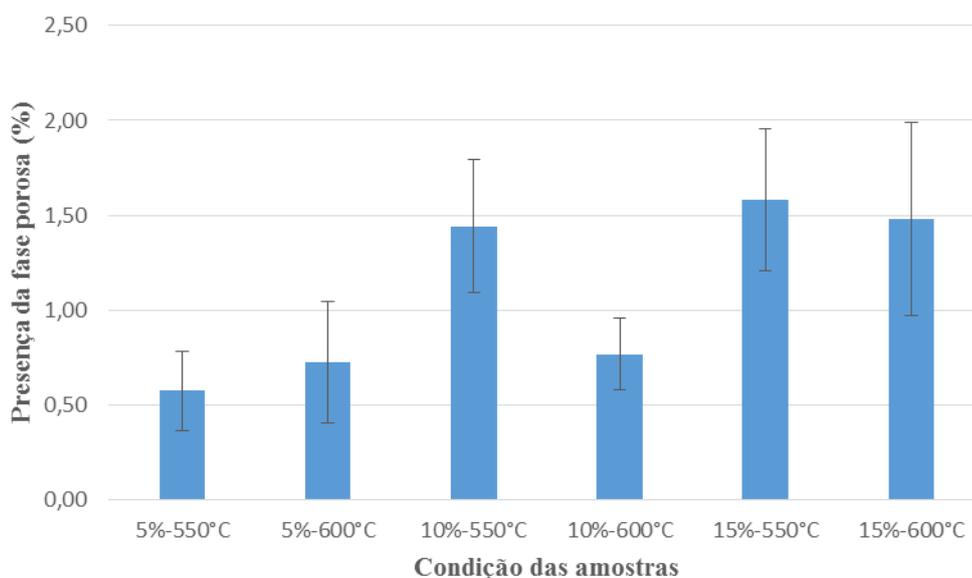


Figura 29 - Porcentagem de porosidade para cada condição de trabalho.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Neste estudo, os valores elevados encontrados para o desvio padrão das amostras dificultaram a análise da influência nos valores de porosidade com o aumento da temperatura. No entanto, a maior proporção mássica de reforço de resíduo de minério de manganês se tornou mais evidente que o aumento de temperatura em termos de aumento da quantidade de poros, conforme pode-se observar pela Figura 29.

Quanto menos poroso e mais denso for o material, menor será a absorção de água, condição que como apresentado nas Figuras 22 e 29 foi encontrada para as amostras com 10% de resíduo de minério de manganês a 600°C, conforme a norma ABNT 15270-2. No entanto, é preciso frisar que neste trabalho as análises de imagem foram realizadas em uma única amostra por condição de trabalho.

Conforme supracitado, os maiores valores de densidade geométrica e, portanto, menores valores de porosidade deste trabalho, Figuras 22 e 29, foram encontrados para a proporção mássica de 10% de resíduo de minério de manganês para a temperatura de 600°C. Deve-se ressaltar que este comportamento do resíduo de minério de manganês, como agente de reforço, foi o mesmo encontrado para outros agentes de reforço em matriz de alumínio, como o SiC e Al₂O₃ nos trabalhos de Mourisco (1995) e Barros (2016).

4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Energia Dispersiva

Nas Figuras 30 a 35 estão apresentadas as microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de varredura para as seis condições de trabalho. Percebe-se que as amostras apresentaram boa homogeneidade das partículas de resíduo de minério de manganês dispersas na matriz de alumínio. Além disso, vê-se nas imagens a presença de alguns poros, principalmente nos contornos do reforço particulado indicados pela coloração preta.

Para os maiores aumentos, pode-se perceber uma diferença topográfica nas imagens causada pelos processos de preparação metalográfica das amostras. Partículas de maior dureza que o alumínio foram menos consumidas na etapa de lixamento propiciando a formação de relevos nas imagens.

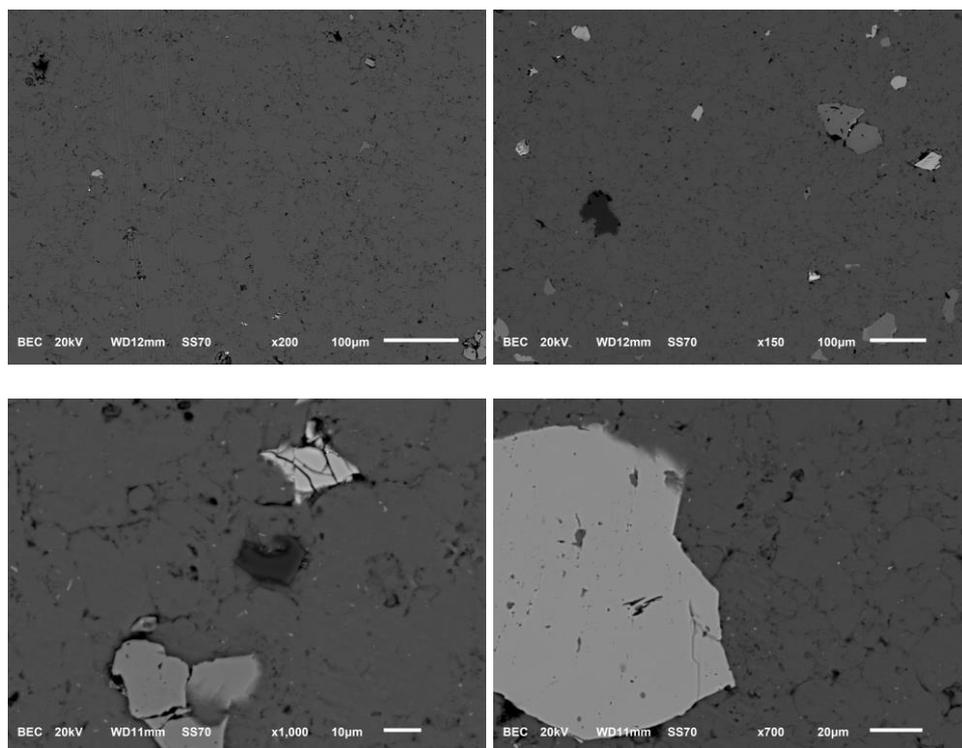


Figura 30 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

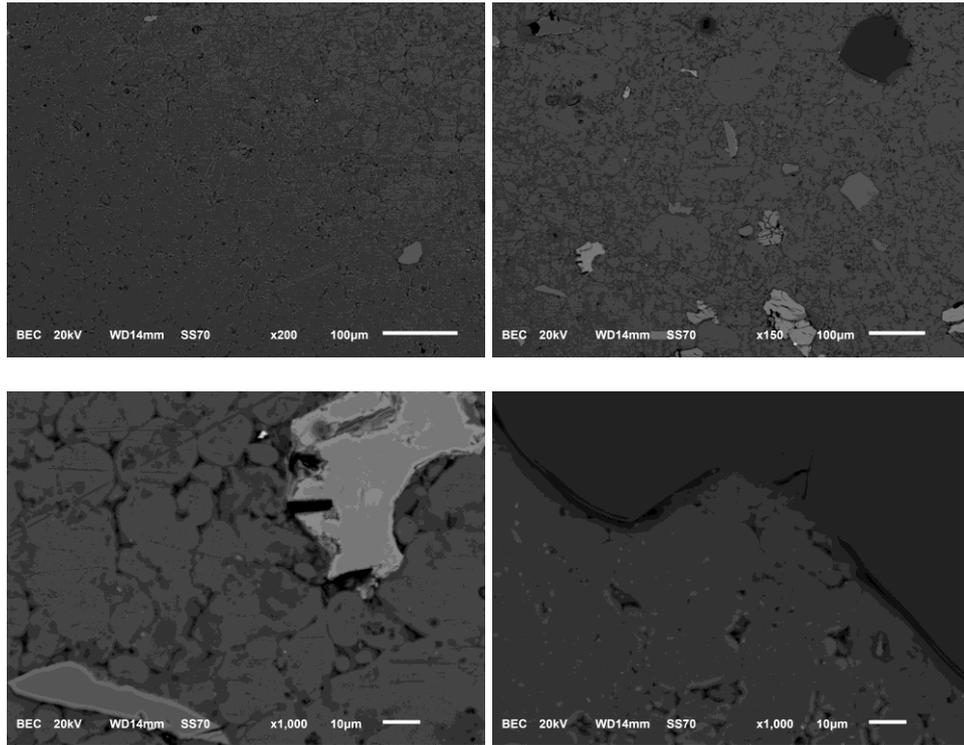


Figura 31 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

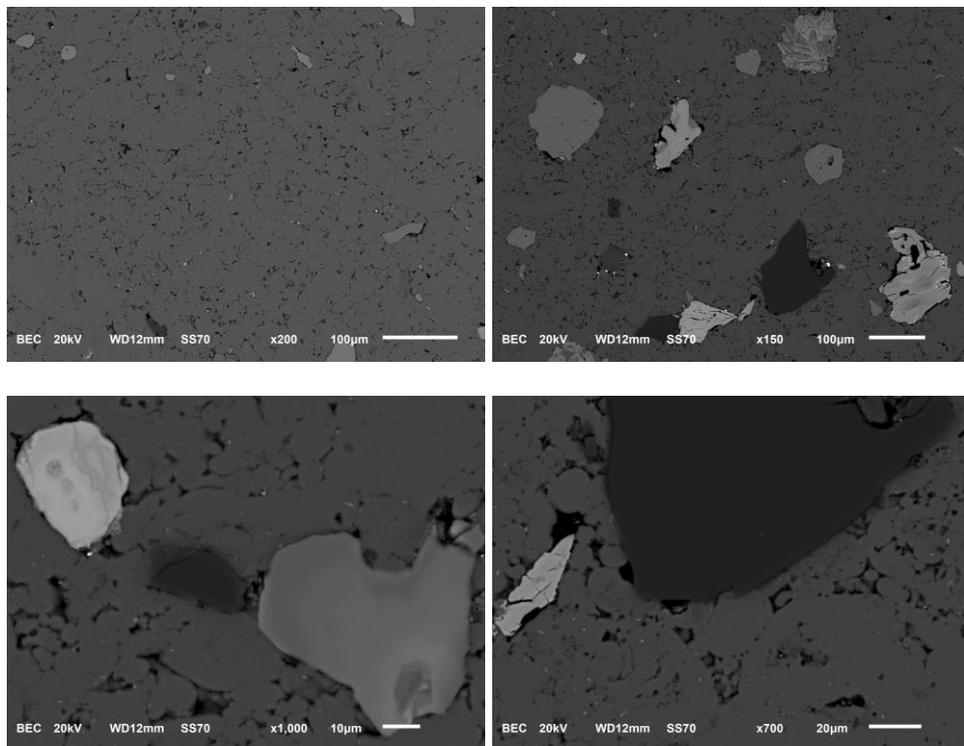


Figura 32 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

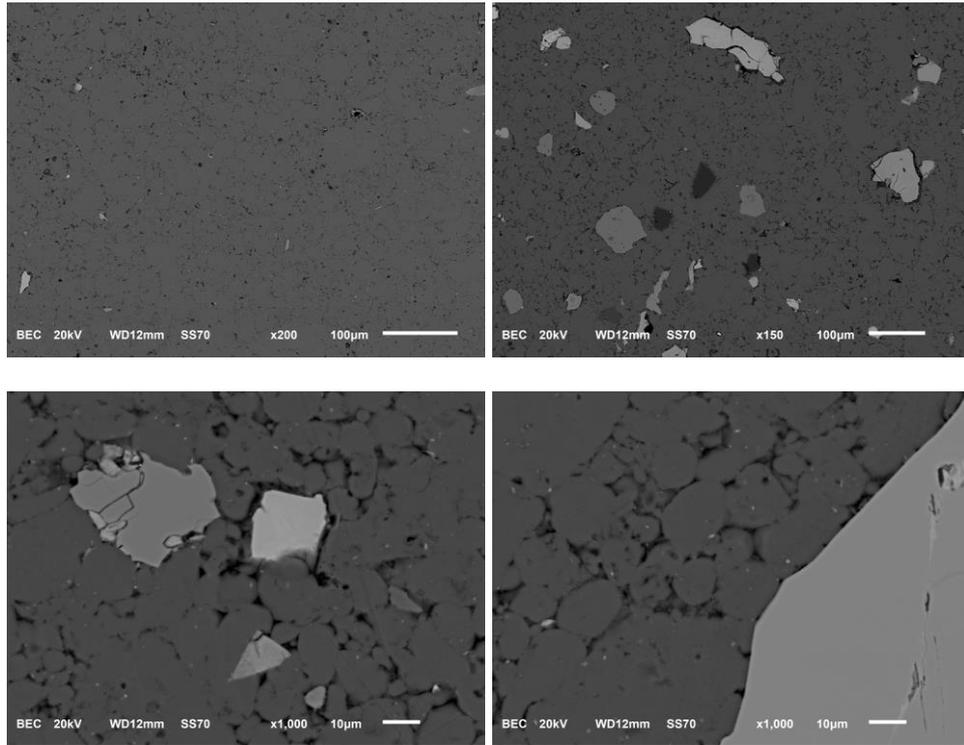


Figura 33 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

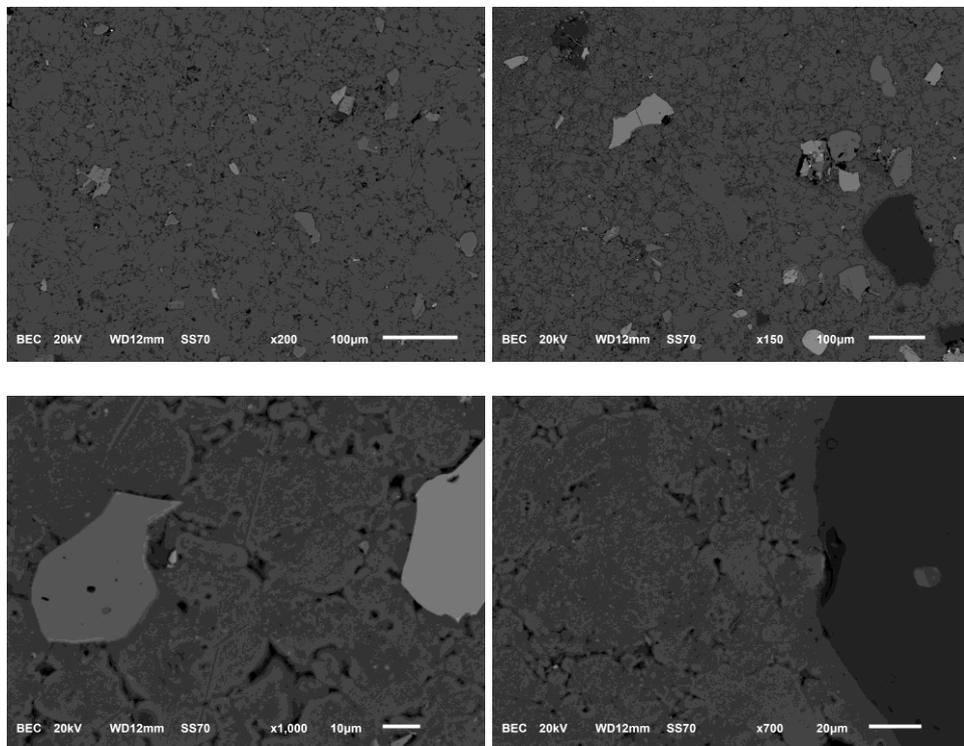


Figura 34 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

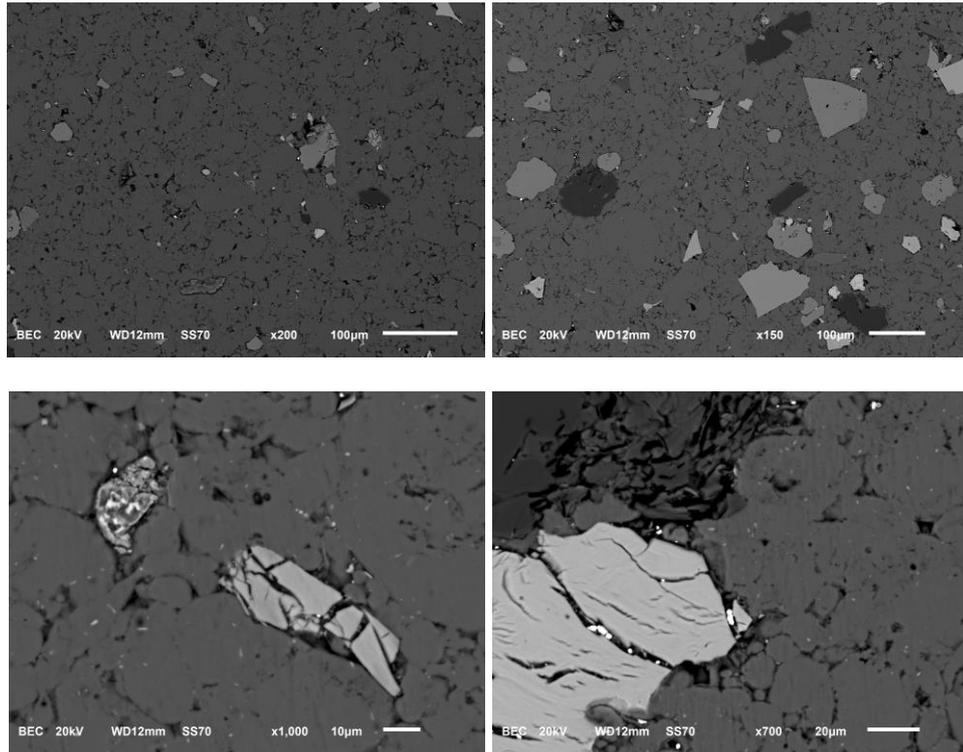


Figura 35 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C. MEV.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Nas Figuras 36 a 41 estão apresentadas as análises pontuais e suas respectivas composições químicas realizadas por MEV/EDS podem ser vistas nas Tabelas 14 a 19. Além da presença já esperada de manganês e alumínio, principais constituintes dos compósitos estudados, constatou-se uma parcela considerável de magnésio, pois esse elemento tem número atômico muito próximo ao do manganês e, por consequência, tem grande afinidade química e é encontrado com facilidade junto a ele na natureza. Além desses elementos citados, destacaram-se a presença do silício, cálcio e ferro nas amostras estudadas. Sabe-se que o oxigênio, por ter baixo peso atômico, não é um elemento quantificável por MEV/EDS. No entanto, em termos de visão global dos elementos químicos, optou-se por deixá-lo nas Tabelas.

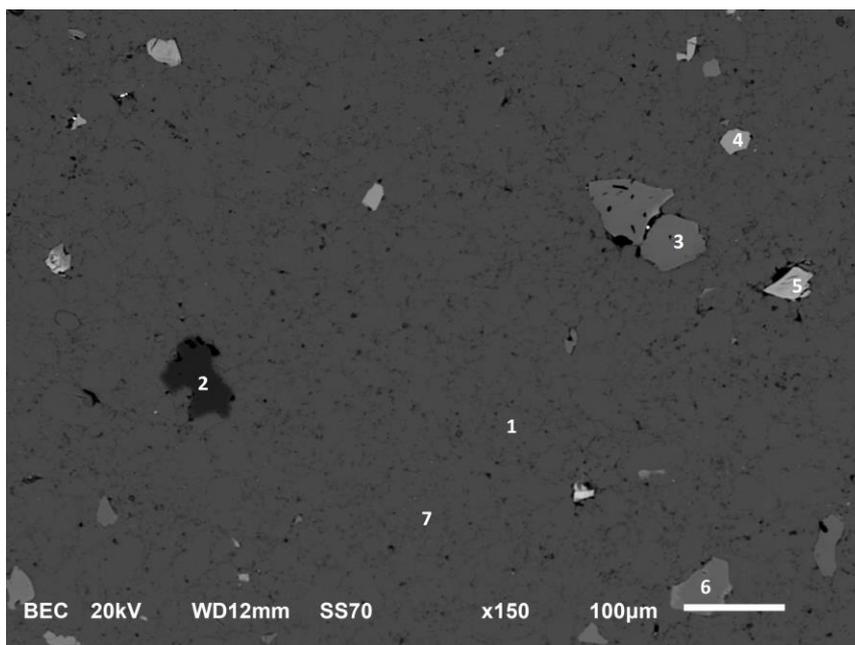


Figura 36 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 14 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 36.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| O | 47,07 | 53,26 | 25,44 | 34,48 | 27,03 | 25,23 | 47,07 |
| Mg | | | 5,66 | 4,25 | 2,58 | 5,92 | |
| Al | 52,93 | | 0,44 | 1,32 | 5,93 | 0,39 | 52,93 |
| Si | | 46,74 | | 14,69 | 0,49 | | |
| P | | | | | 0,13 | | |
| S | | | | | 0,17 | | |
| Ca | | | 11,36 | | 2,37 | 7,59 | |
| Mn | | | 55,94 | 40,94 | 59,3 | 59,19 | |
| Fe | | | 1,16 | 4,32 | 2 | 1,67 | |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

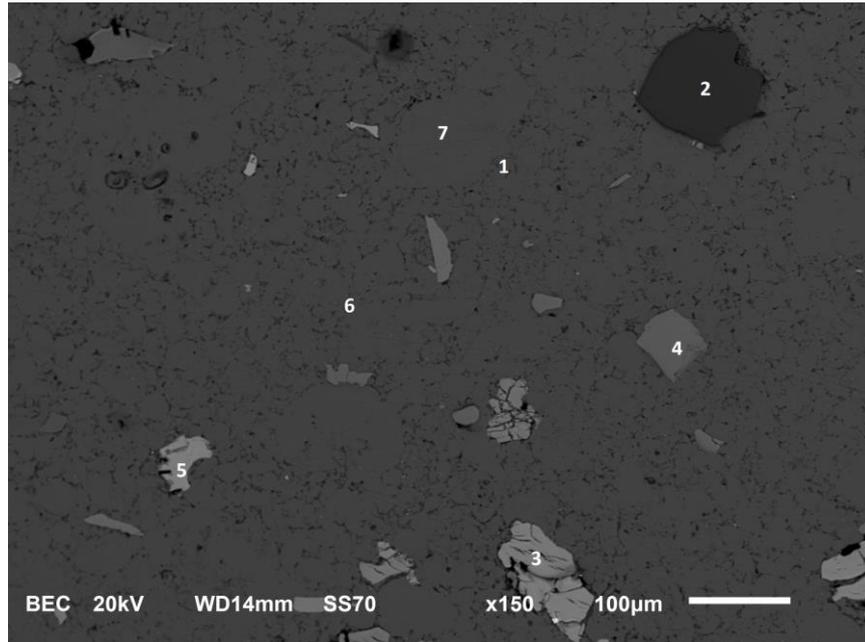


Figura 37 - Microestrutura do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 15 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 37.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| O | 47,05 | 53,26 | 24,48 | 37,54 | 24,32 | 47,07 | 47,07 |
| Mg | | | 4,04 | | | | |
| Al | 52,86 | | 0,59 | 9,85 | 1,34 | 52,93 | 52,93 |
| Si | | 46,74 | 0,18 | 15,1 | 1,69 | | |
| Ca | | | 2,27 | 2,26 | 0,49 | | |
| V | | | | 0,18 | | | |
| Mn | | | 66,65 | 32,77 | 72,17 | | |
| Fe | 0,09 | | 1,8 | 2,32 | | | |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

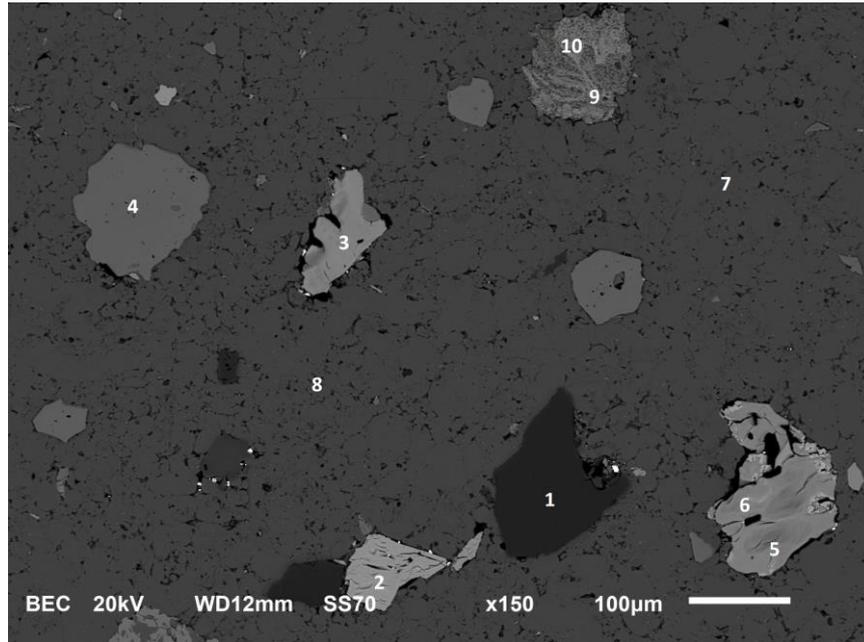


Figura 38 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 16 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 38.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 | Ponto 8 | Ponto 9 | Ponto 10 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|
| O | 53,26 | 24,56 | 25,16 | 39,09 | 26,16 | 24,36 | 47,07 | 47,07 | 41,68 | 37,72 |
| Na | | | | | | | | | 0,39 | 0,48 |
| Mg | | 2,82 | 5,4 | | 7,53 | 2,5 | | | 0,38 | 0,3 |
| Al | | 0,9 | 0,54 | 10,98 | 1,03 | 0,41 | 52,93 | 52,93 | 14,32 | 9,49 |
| Si | 46,74 | 0,38 | 0,35 | 16,92 | 0,37 | 0,84 | | | 13,95 | 9,23 |
| S | | 0,16 | 0,19 | | 0,21 | | | | 0,19 | 0,16 |
| K | | | | | | | | | 0,13 | 0,11 |
| Ca | | 2,36 | 2,89 | 1,3 | 4,27 | 2,08 | | | 0,26 | 0,35 |
| Ti | | | | 0,22 | | | | | 0,1 | 0,16 |
| V | | | | 0,12 | | | | | 0,12 | 0,19 |
| Mn | | 67 | 63,85 | 30,27 | 58,63 | 68,15 | | | 1,1 | 1,64 |
| Fe | | 1,82 | 1,61 | 1,09 | 1,81 | 1,66 | | | 27,38 | 40,17 |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

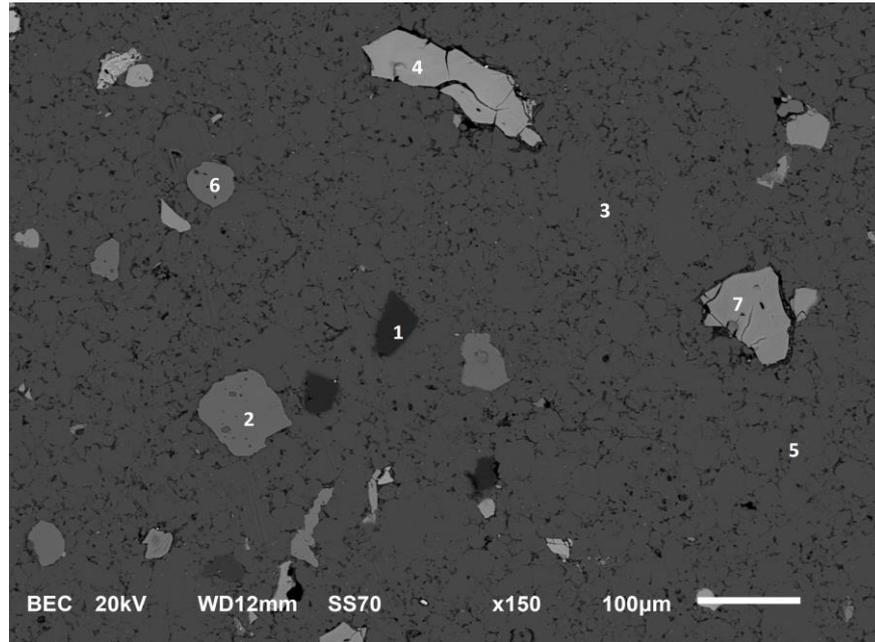


Figura 39 - Microestrutura do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 17 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 39.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| O | 53,26 | 39,19 | 47,07 | 24,8 | 47,07 | 39,28 | 25,72 |
| Mg | | 0,38 | | 4,72 | | 0,51 | 5,75 |
| Al | | 10,93 | 52,93 | 0,41 | 52,93 | 10,91 | 0,9 |
| Si | 46,74 | 16,98 | | 0,19 | | 17,02 | 0,19 |
| S | | | | | | | 0,19 |
| Ca | | 1,63 | | 4,21 | | 1,69 | 7,52 |
| Ti | | | | | | 0,15 | |
| Mn | | 29,27 | | 63,45 | | 28,9 | 58,01 |
| Fe | | 1,62 | | 2,21 | | 1,55 | 1,72 |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

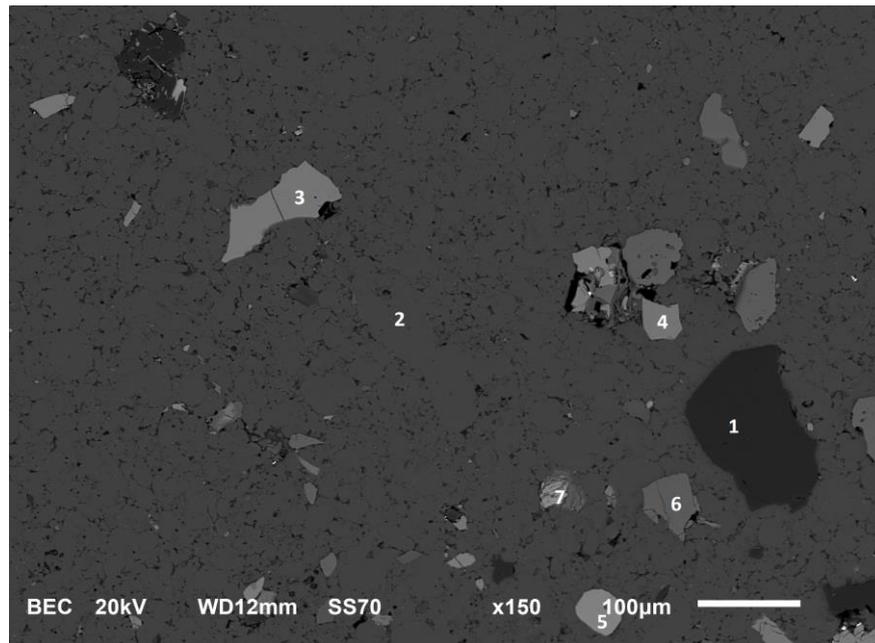


Figura 40 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 18 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C da Figura 40.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| O | 53,26 | 47,07 | 33,39 | 33,89 | 32,08 | 39,49 | 32,52 |
| Mg | | | 3,49 | 3,89 | | | |
| Al | | 52,93 | | 0,13 | | 11,22 | 0,45 |
| Si | 46,74 | | 14,52 | 14,56 | | 17,23 | 4,52 |
| P | | | | | | | 0,22 |
| S | | | | | | | 0,26 |
| K | | | | | | | 0,15 |
| Ca | | | | | | 2,54 | 0,18 |
| Ti | | | | | 31,36 | | |
| V | | | | | 0,19 | | |
| Mn | | | 45,7 | 41,83 | 33,56 | 27,62 | 2,29 |
| Fe | | | 2,9 | 5,71 | 2,81 | 1,9 | 59,41 |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

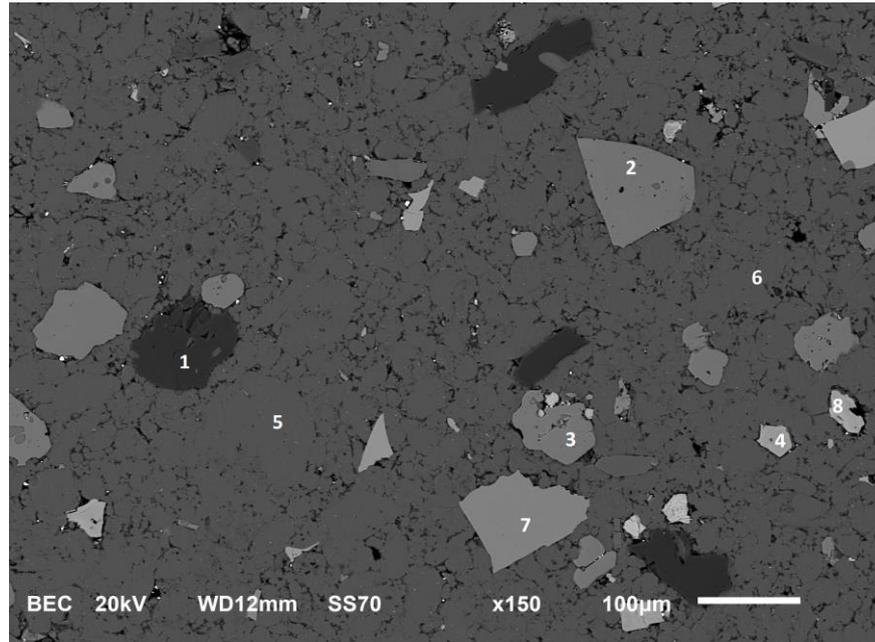


Figura 41 - Microestrutura do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C, observada em MEV/EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Tabela 19 - Análise química de microrregiões EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C da Figura 41.

| Elemento químico | Ponto 1 | Ponto 2 | Ponto 3 | Ponto 4 | Ponto 5 | Ponto 6 | Ponto 7 | Ponto 8 |
|------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| O | 48,98 | 38,98 | 38,58 | 30,25 | 47,07 | 47,07 | 37,47 | 25,53 |
| Na | 8,23 | | | | | | | |
| Mg | | 0,31 | 0,19 | 4,86 | | | 0,73 | 5,8 |
| Al | 10,52 | 10,89 | 10,27 | 11,65 | 52,93 | 52,93 | | 0,79 |
| Si | 32,26 | 16,71 | 16,43 | 0,38 | | | 21,36 | 0,16 |
| S | | | | 0,23 | | | | 0,35 |
| Ca | | 1,72 | 0,83 | 3,23 | | | 3,78 | 3,24 |
| Ti | | | 0,32 | | | | | |
| V | | | 0,44 | | | | | |
| Mn | | 29,77 | 32,1 | 47,7 | | | 33,3 | 61,7 |
| Fe | | 1,6 | 0,84 | 1,69 | | | 3,36 | 2,44 |
| Total | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Nas Figuras 42 a 47 estão apresentados os mapas de composição química obtidos para os compósitos e seus respectivos espectros, de acordo com o elemento químico encontrado. Esses mapas mostraram uma boa homogeneidade de composição química ao longo das amostras.

Foi convencionado, para uma melhor identificação dos elementos químicos, a cor verde para o alumínio, roxo para o manganês, vermelho para o ferro e verde em outra tonalidade para o silício. A presença de célio em todos os mapas foi identificada como um ruído do ensaio, já que no espectro não foi possível a sua quantificação no material.

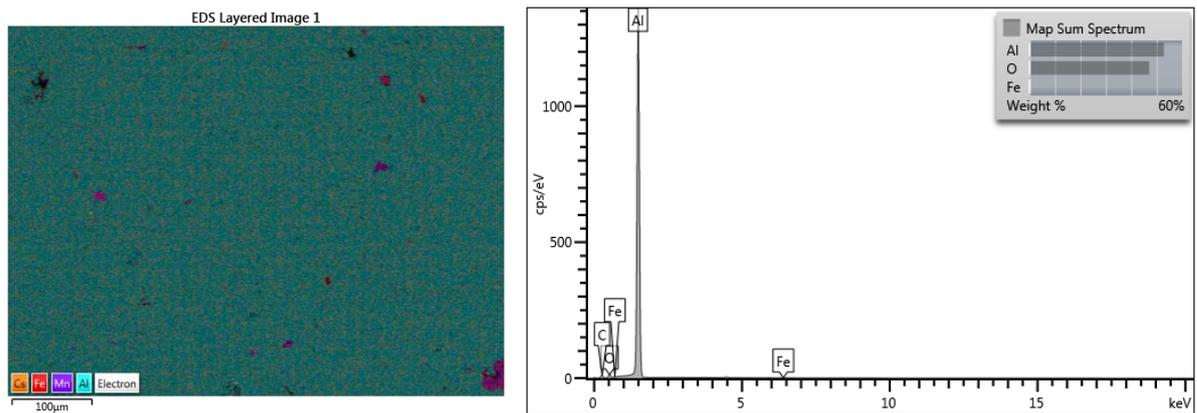


Figura 42 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

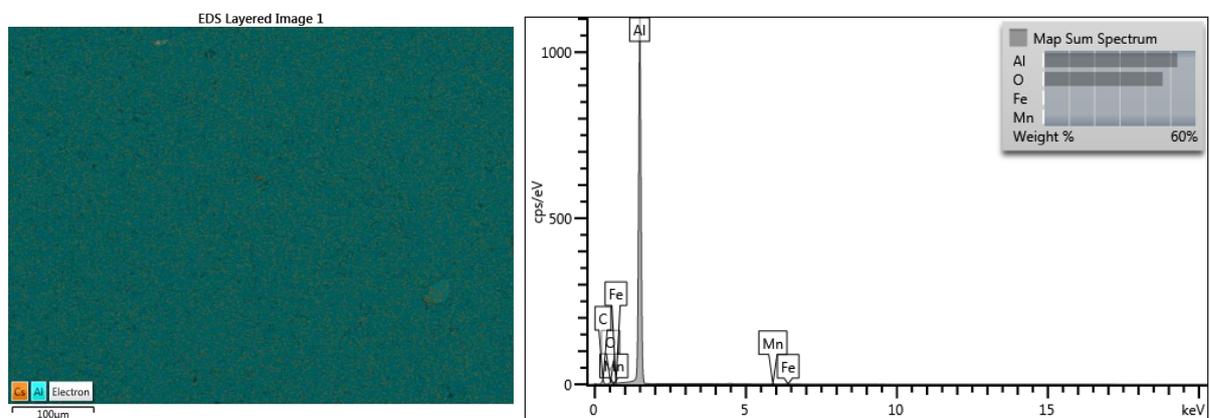


Figura 43 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

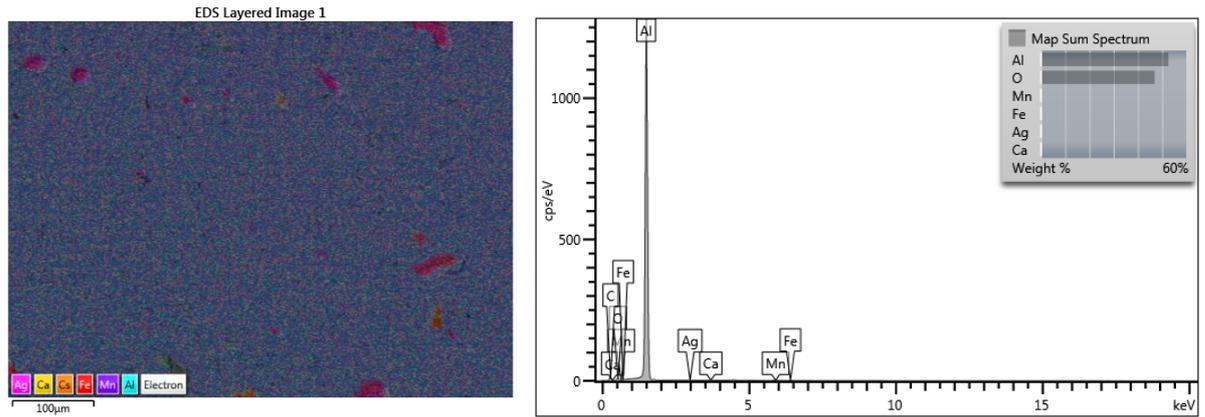


Figura 44 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

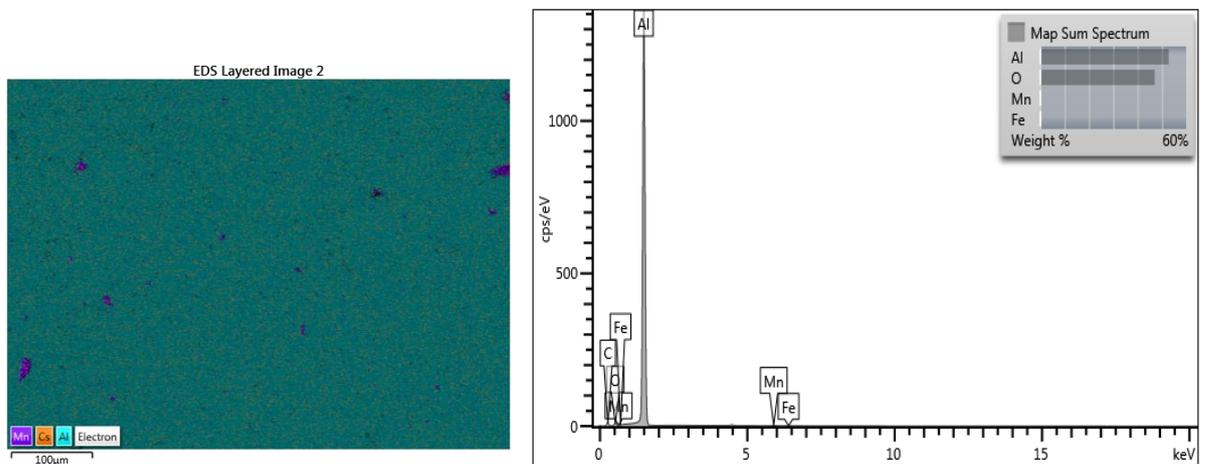


Figura 45 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

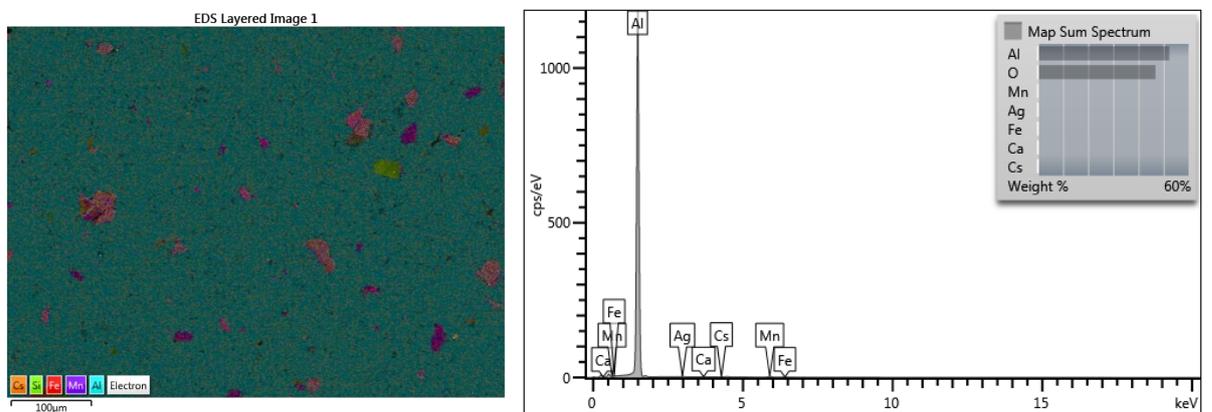


Figura 46 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

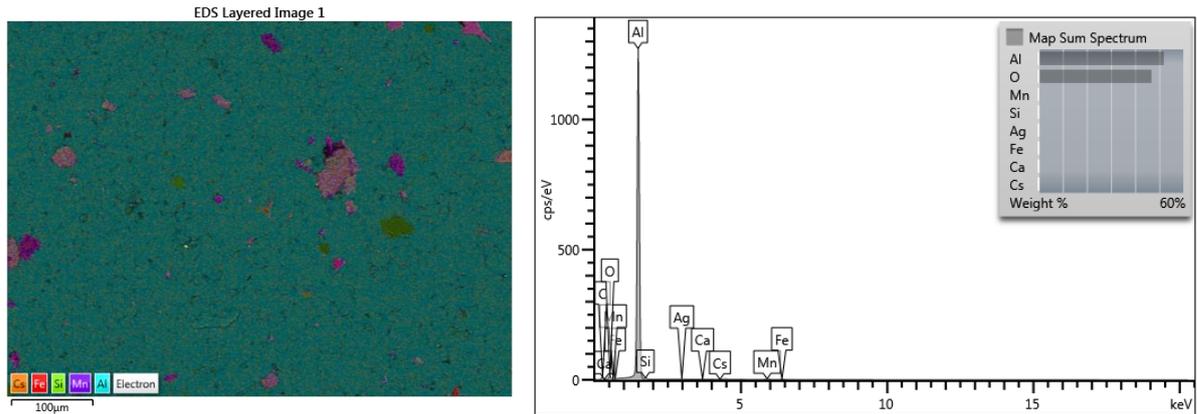


Figura 47 - Mapa para análise química EDS do compósito de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

Em suma, nas microestruturas apresentadas dos compósitos obtidos, a matriz é de alumínio puro e as outras fases são provenientes do resíduo de minério de manganês utilizado que tem uma composição mineralógica complexa com várias fases, a saber: silicato rico em manganês e outros silicatos contendo alumínio, manganês, magnésio e cálcio, além de quartzo, hematita em pequena quantidade, fase contendo potássio e muitas outras fases, conforme trabalhos de Lima *et al.* (2010), Linhares *et al.* (2012) e Pereira *et al.* (2014).

4.8 Ensaios de Compressão

Os aspectos das amostras após os ensaios de compressão estão apresentados na Figura 48. Nota-se que todas as amostras adquiriram formato de disco após os ensaios, que é uma característica do comportamento de materiais dúcteis nos ensaios de compressão. Outro fato interessante é que a ductilidade dos compósitos diminuiu com o aumento da proporção mássica do reforço de minério de manganês, pois as extremidades das amostras foram se tornando cada vez mais quebradiças.



Figura 48 - Aspectos das amostras após os ensaios de compressão. (a) Alumínio puro, (b) Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C, (c) Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C e (d) Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

As curvas dos ensaios de compressão do alumínio puro e dos compósitos estudados estão apresentadas nas Figuras 49 a 51. Novamente, o formato das curvas evidencia um comportamento de caráter dúctil desses materiais, essencialmente em função da presença do alumínio como material da matriz. Houve pouca diferença no comportamento das amostras para as diferentes condições de trabalho.

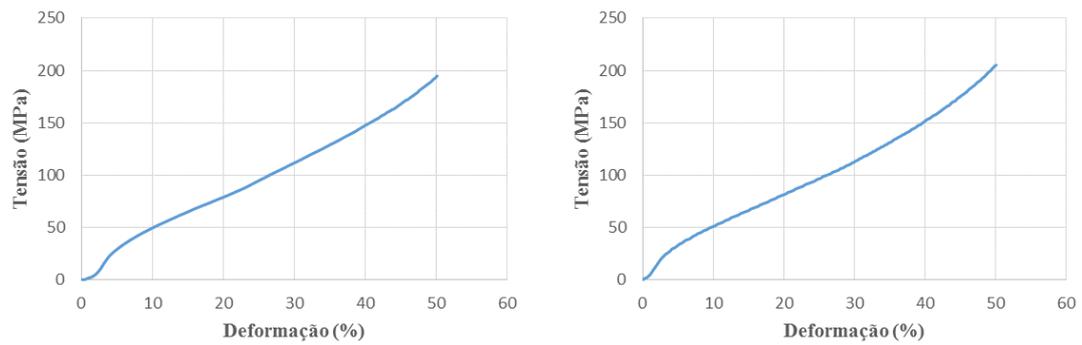


Figura 49 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional para o alumínio puro sinterizado: (a) 550°C e (b) 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

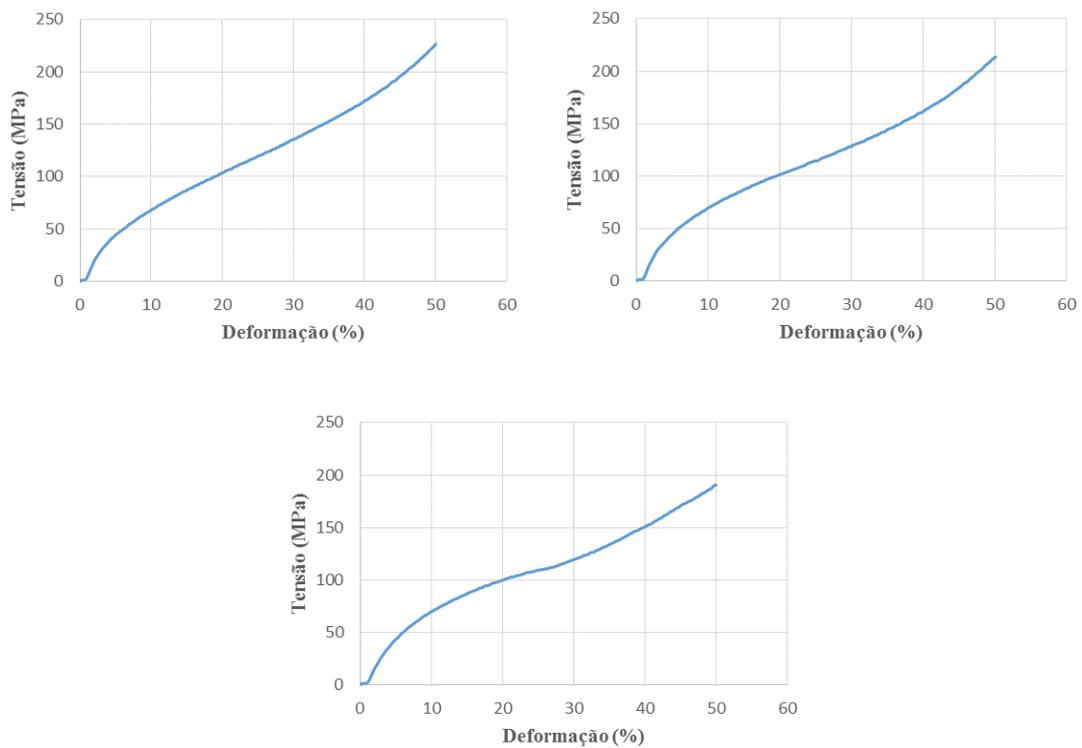


Figura 50 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional dos compostos sinterizados a 550°C: (a) Al-5% de resíduo de minério de manganês, (b) Al-10% de resíduo de minério de manganês e (c) Al-15% de resíduo de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

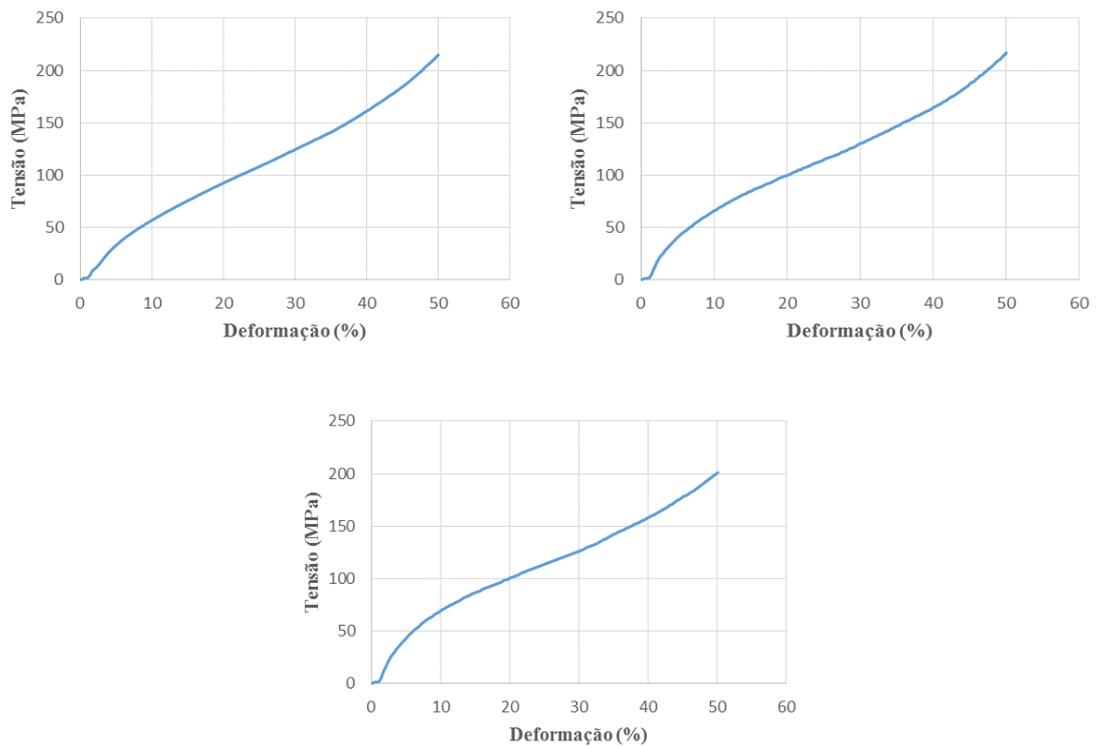


Figura 51 - Aspecto das curvas tensão versus deformação convencional dos compósitos sinterizados a 600°C: (a) Al-5% de resíduo de minério de manganês, (b) Al-10% de resíduo de minério de manganês e (c) Al-15% de resíduo de minério de manganês.

Fonte: Pesquisa direta (2020).

De maneira geral, os compósitos apresentaram maior resistência mecânica que o alumínio puro. Para as sinterizações realizadas na temperatura de 550°C, como apresentado na Figura 52, os maiores valores de resistência mecânica foram encontrados para as amostras reforçadas com 10% de resíduo de minério de manganês.

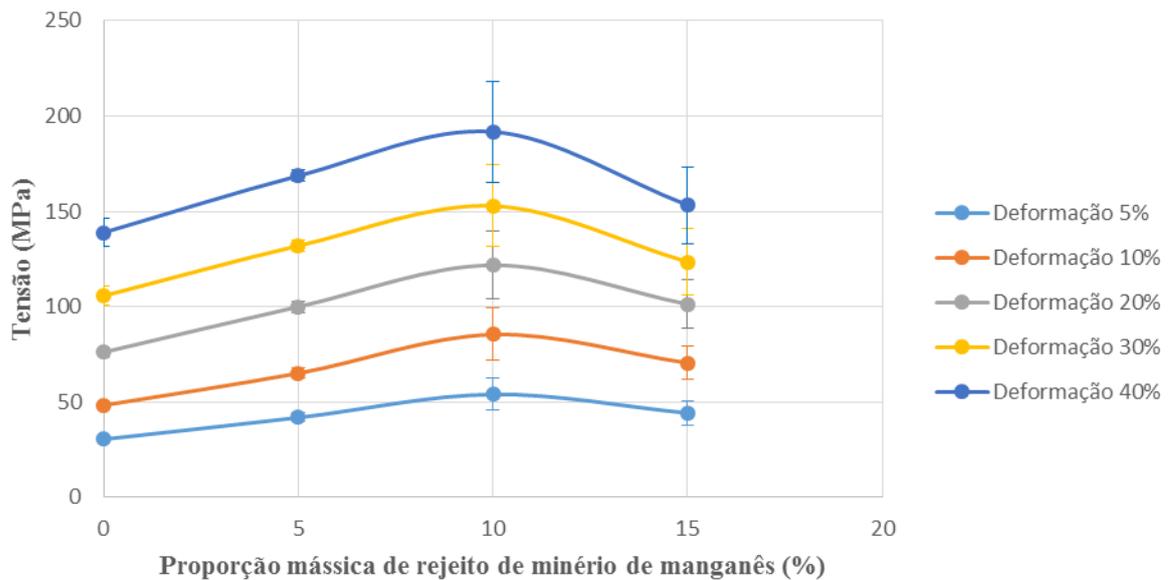


Figura 52 – Curvas tensão versus porcentagem de resíduo de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C. Ensaios de compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

Conforme supracitado, ao observar a Figura 52 é possível relacionar as mais diversas deformações ao longo do ensaio de compressão para as amostras sinterizadas a 550°C. Para as deformações de 5%, 10% e 20%, os valores de tensão decresceram na sequência: Al-10% de resíduo de minério de manganês, Al-15% de resíduo de minério de manganês e Al-5% de resíduo de minério de manganês. Porém, nota-se que para as amostras com 5% e 15% esse valor variou ligeiramente.

Já para as maiores deformações de 30% e 40%, os valores de tensão decresceram da seguinte forma: Al-10% de resíduo de minério de manganês, Al-5% de resíduo de minério de manganês e Al-15% de resíduo de minério de manganês.

Em resumo, para as mais variadas deformações, o compósito que apresentou as maiores tensões se deu com a proporção mássica de 10% de resíduo de minério de manganês. Além disso, como esperado, todas as amostras com reforço apresentaram maior tensão que as amostras de alumínio puro (0%) para as mais variadas deformações. Ou seja, houve uma efetividade na colocação do resíduo de minério de manganês como agente de reforço nos compósitos.

Para as amostras sinterizadas na temperatura de 600°C, a influência do reforço nos compósitos não foi tão significativa, como apresentado na Figura 53. Em termos de

resistência mecânica, acredita-se que a maior temperatura de sinterização tenha propiciado uma maior ductilidade da matriz, por isso a menor resistência mecânica. De maneira geral, a composição que apresentou os maiores valores de resistência mecânica para as mais variadas deformações foi aquela reforçada com 10% de resíduo de minério de manganês, exceto para a deformação de 40% quando o maior valor de $(185,74 \pm 39,91)$ MPa se deu para a amostra com 5% de reforço. Este fato pode ser explicado pelo maior encruamento da matriz com menos reforço.

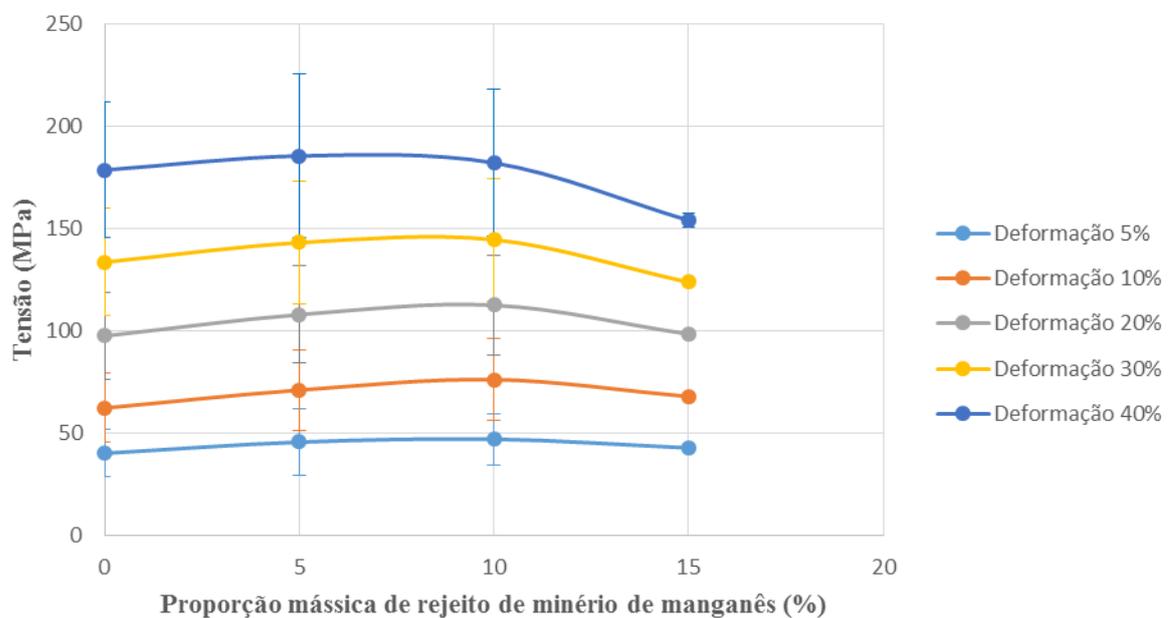


Figura 53 – Curvas tensão versus porcentagem de resíduo de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C. Ensaios de compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

O comportamento das amostras sinterizadas a 600°C para as mais variadas deformações ao longo dos ensaios de compressão pode ser analisado ao se observar a Figura 53, conforme supracitado. Para as deformações de 5%, 10%, 20% e 30% os valores de tensão decresceram na sequência: Al-10% de resíduo de minério de manganês, Al-5% de resíduo de minério de manganês e Al-15% de resíduo de minério de manganês.

Somente para a deformação de 40% o comportamento apresentou um aspecto diferente, com os valores de tensão decrescendo na sequência: Al-5% de resíduo de minério de manganês, Al-10% de resíduo de minério de manganês e Al-15% de resíduo de minério de manganês, com o valor variando ligeiramente entre 5% e 10%.

Portanto, assim como as amostras sinterizadas em 550°C, as amostras com proporção mássica de 10% de resíduo de minério de manganês apresentaram quase em sua totalidade as maiores tensões para as mais variadas deformações. Além disso, como já esperado e de maneira geral, as amostras reforçadas apresentaram maiores tensões que as amostras de alumínio puro, com exceção para as amostras de Al-15% de resíduo de minério de manganês nas deformações de 30% e 40% que apresentaram tensões menores que as de alumínio puro.

Faz-se interessante ressaltar que o resíduo de minério de manganês utilizado neste trabalho tem fases com resistência mecânica muito maior que do alumínio puro: quartzo, hematita, etc. Acredita-se que a maior quantidade de agente de reforço, 15%, promoveu uma maior desunião das partículas com a matriz para maiores deformações devido ao encruamento da matriz. Além disso, a quantidade de 10% de agente de reforço promoveu os melhores resultados de resistência mecânica utilizando a matriz de alumínio, conforme trabalhos de Barros (2016) e Mourisco (1995).

4.8.1 Comparação entre as temperaturas de sinterização

Nas Figuras de 54 a 56 estão apresentadas as curvas tensão versus deformação dos ensaios de compressão que relacionam as temperaturas de sinterização utilizadas neste trabalho. Percebe-se que para as amostras com 5% de proporção mássica de resíduo de minério de manganês, houve uma ligeira tendência no aumento de resistência mecânica para 600°C. Para a proporção mássica de 10%, a tendência no aumento de resistência deu-se para a temperatura de 550°C. Para 15% de reforço, não houve diferença significativa entre as tensões. No entanto, comparativamente, os maiores valores de resistência mecânica se deram para a porcentagem de reforço de 10% quando se observa as deformações até 20%. Acima disso, a quantidade de discordâncias do material é tão elevada que sobrepõe o efeito do reforço ao se comparar com a proporção mássica de 5% de reforço. Novamente, nitidamente, comparando-se as Figuras 54, 55 e 56, nota-se que a maior quantidade de reforço, 15%, contribuiu para a menor resistência mecânica, conforme supracitado.

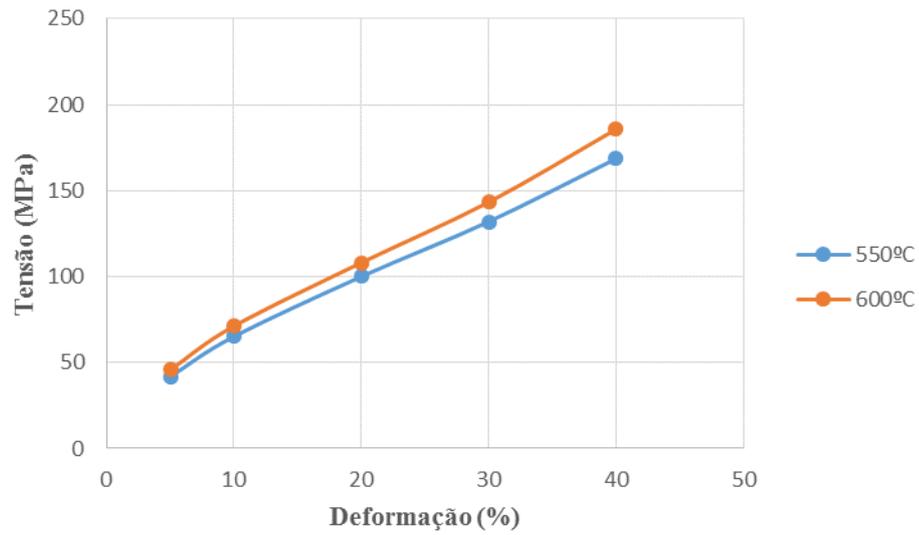


Figura 54 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-5% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

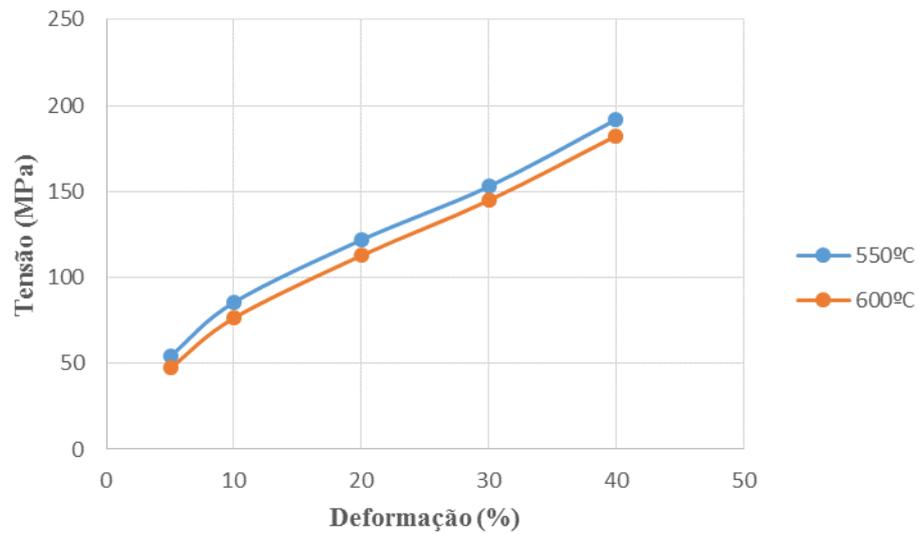


Figura 55 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-10% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

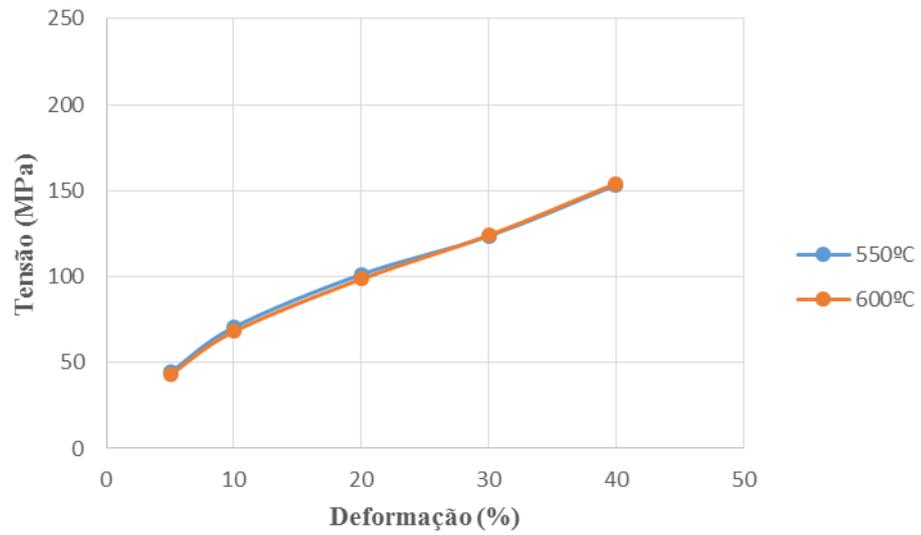


Figura 56 - Curvas tensão versus deformação dos compósitos de Al-15% de resíduo de minério de manganês sinterizados a 550°C e 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2020).

5 CONCLUSÕES

Para as condições de trabalho realizadas, conclui-se que:

Os compósitos obtidos apresentaram-se mais leves que as amostras à verde e com resistência mecânica superior ao alumínio puro.

Os valores de porosidade dos compósitos foram muito baixos e aumentaram ligeiramente à medida que a proporção de resíduo de minério de manganês passou de 5% para 15%, com o menor valor para 5%-550°C ($0,57 \pm 0,21$)% e o maior para 15%-600°C ($1,58 \pm 0,38$)%.

Houve contração das amostras no processo de sinterização proporcionando aumento nos valores de densidade dos compósitos quando a proporção mássica de resíduo de minério de manganês utilizada foi acrescida de 5% para 15%, com o menor valor de ($2,18 \pm 0,02$)g/cm³ para 5%-550°C e o maior valor de ($2,26 \pm 0,08$)g/cm³ para 10%-550°C.

Os compósitos com 10% de resíduo de minério de manganês apresentaram os maiores valores de resistência mecânica para as mais variadas deformações em ambas temperaturas de sinterização. O maior valor se deu para a amostra sinterizada em 550°C para a deformação de 40% ($191,84 \pm 26,37$)MPa.

De maneira geral, as amostras apresentaram boa dispersão das partículas de resíduo de minério de manganês na fase matriz de alumínio, sem tendência a aglomerações.

Constatou-se a presença de fases ricas em Mn, Al, Si, Ca e Fe nas microestruturas das amostras.

5.1 Recomendações para trabalhos futuros

Dentre as possibilidades de estudo identificadas durante o trabalho, pode-se destacar:

Analisar a influência da variação do tamanho das partículas do resíduo de minério de manganês nas amostras.

Analisar a influência de outras temperaturas de sinterização nas amostras.

Realizar análise de imagem longitudinal e transversal em mais amostras de uma mesma condição de trabalho para uma verificação mais precisa da porosidade.

Realizar ensaio de compressão utilizando menores taxas de deformação para determinação do módulo de Young.

Realizar outros ensaios para análise de resistência mecânica das amostras.

Realizar ensaios específicos para a aplicação desejada.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, Sylvio Froes. Recursos minerais do Brasil. São Paulo, SP, Editora Edgard Blucher LTDA, 1973.

ARAÚJO FILHO, O. O. A. *et al.* Síntese e caracterização de compósitos de matriz metálica da liga AA2124 com reforço particulado de nitreto de silício através de técnicas de metalurgia do pó. 21º CBECIMAT – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 09 a 13 de novembro de 2014, Cuiabá, MT, Brasil.

ASM Metals Handbook. Composites. Volume 21, 2001.

BARBOSA, L. P. *et al.* Microestrutura de compósitos alumínio carbeto de silício obtidos por moagem de alta energia. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 14, 2000, São Pedro - SP.

BARROS, T. N. Caracterização de compósitos de Al-5%Al₂O₃, Al-10%Al₂O₃ e Al-15%Al₂O₃ obtidos por sinterização. Monografia de graduação. 2016. Curso (Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Ouro Preto.

BROPHY, J. H. *et al.* Ciência dos materiais: estrutura, propriedades termodinâmicas. Rio de Janeiro: LTCE, 1972.

CALLISTER, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais. Uma Introdução. 8 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CHAWLA, K. K. Composite Materials: Science and Engineering. New York, USA: Springer-Verlag, 1987.

CHIAVERINI, Vicente. Metalurgia do pó: Técnica e produtos. 3. ed. São Paulo: ABM, 1992.

FARIA, Geraldo Lúcio de. Estudo da intensidade de crepitação de minérios granulados de manganês do Brasil. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.

FERREIRA, L. M. P. Fabricação e caracterização de compósitos de alumínio reforçado com nanopartículas magnéticas, via metalurgia do pó. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.

FOGAGNOLO, J. B. Estudo do processo de fabricação de materiais compósitos de matriz de alumínio por metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

GERMAN, R. M. Powder Metallurgy Science. 1984.

GIL, Antônio Carlos. Como elaborar projetos de pesquisa. 4. Ed. São Paulo: Atlas, 2002.

KINGERY, W. D; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Introduction to Ceramics. 2nd ed. John Wiley & Sons, Inc., New York. London. Sydney: 1976. 1032p.

LEVY NETO, F. L.; PARDINI, L. C. Compósitos Estruturais, Ciência e Tecnologia. São Paulo, SP, Editora Edgard Blucher LTDA. 2006.

LIMA, M. M. F., ANDRADE, E. M., LIMA, R. M. F., GONÇALVES, D. H., LIMA, G. F. Characterization and sintering of low-manganese ore fines, 2010. Local: Centro de Artes e Convenções de Ouro Preto; Cidade: Ouro Preto – MG – Brasil. In: IX Brazilian MRS Meeting; Inst.promotora/financiadora: Sociedade Brasileira de pesquisa em Materiais: <http://sbpmat2010.org.br>.

LIMA, M.M.F.; VALDUGA, F.; LIMA, R.M.F. Sintering of manganese ore tailings under an argon atmosphere. MATERIALS SCIENCE FORUM (ONLINE). v. 869, p.1013 - 1017, 2016.

LINHARES, É. P, LIMA, M. M. F., LIMA, R. M. F. Making Sinter from Low-Grade Manganese Ore, 2012. In: 20 ° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECIMAT 2012). 04 a 08 novembro de 2012. Joinville - Santa Catarina-Brasil. Inst.promotora/financiadora: <http://www.metallum.com.br/20cbecimat/>.

MOURISCO, A. J. Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1995.

OLSEN, S. E.; TANGSTAD, M.; LINDSTAD, T. Production of Ferromanganese Alloys in the Submerged Arc Furnace. Norway, Trondheim. 2007. 247p.

PEREIRA, M.J.; LIMA, M.M.F.; LIMA, R.M.F. Calcination and characterization studies of a brazilian manganese ore tailing. International Journal of Mineral Processing (Print), v. 131, p.26 - 30, 2014.

RAHIMIAN, M. *et al.* Investigation of particle size and amount of alumina on microstructure and mechanical properties of Al matrix composite made by powder metallurgy. Materials Science and Engineering A, v. 527, p.4-5, 2010.

RICHERSON, D. W. Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use and Design. Second Edition. 1992.

SILVA, M. C. L. Estudo do efeito da alumina no sistema WC- Al_2O_3 via metalurgia do pó. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017.

SOUZA, L. G. P. Aplicação de resíduos de minério de manganês na forma de uma peça obtida pela metalurgia do pó. Monografia de Graduação. 2015. Curso (Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Ouro Preto.

WRIGHT, W. J.; ASKELAND, D. R. Ciência e Engenharia dos Materiais. 3 ed. São Paulo: Cengage Learning, 2015.