



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO – UFOP



ESCOLA DE MINAS

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

AFFONSO HENRIQUE ALVES RIBEIRO

**ESTUDO DE COMPÓSITOS DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE
MANGANÊS OBTIDOS POR SINTERIZAÇÃO AO AR NATURAL**

**OURO PRETO - MG
2021**

AFFONSO HENRIQUE ALVES RIBEIRO
affonsohenriquealves@hotmail.com

**ESTUDO DE COMPÓSITOS DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE
MANGANÊS OBTIDOS POR SINTERIZAÇÃO AO AR NATURAL**

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
2021

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

R484e Ribeiro, Affonso Henrique Alves.

Estudo de compósitos de resíduos de minério de manganês obtidos por sinterização ao ar natural. [manuscrito] / Affonso Henrique Alves Ribeiro. - 2021.

74 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. Compósitos (Materiais). 2. Alumínio. 3. Sinterização. 4. Minérios de manganês. 5. Recuperação de resíduos. 6. Minas e mineração. I. Lima, Margarida Márcia Fernandes. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 622.781

Bibliotecário(a) Responsável: Sione Galvão Rodrigues - CRB6 / 2526



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



FOLHA DE APROVAÇÃO

Affonso Henrique Alves Ribeiro

Estudo de compósitos de resíduos de minério de manganês obtidos por sinterização ao ar natural

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

Aprovada em 11 de agosto de 2021

Membros da banca

Profª DSc. Margarida Márcia Fernandes Lima - Universidade Federal de Ouro Preto
Prof. DSc. Rhelma Rossano Urzêdo Queiroz - Instituto Federal de Educação - Campus Ouro Preto
Prof. DSc. Vinícius Carvalho Teles - Universidade Federal de Ouro Preto
Prof. DSc. Henor Artur de Souza - Universidade Federal de Ouro Preto

Margarida Márcia Fernandes Lima, orientadora do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 30/08/2021



Documento assinado eletronicamente por **Margarida Marcia Fernandes Lima, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 03/09/2021, às 23:36, 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 **0217783** e o código CRC **FAFBD894**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.009310/2021-10

SEI nº 0217783

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

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha orientadora Prof^a. Dr^a Margarida Márcia Fernandes Lima, do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto pela oportunidade de realização deste trabalho, orientação, paciência, disponibilização de todos os materiais e equipamentos e acompanhamento em todo trabalho realizado.

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 pela disponibilização do 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. 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 colega de trabalho Lucas Assis Alves pela parceria na realização deste trabalho.

A FAPEMIG e a VALE pelos equipamentos utilizados, à Universidade Federal de Ouro Preto e a Fundação Gorceix pela bolsa na modalidade PIP-2S/UFOP-2018-19.

“Todos nós fazemos escolhas, mas no final, nossas escolhas nos fazem”.

Andrew Ryan.

RESUMO

O Brasil é um país reconhecidamente rico em recursos naturais, tanto sobre o solo, em termos de biodiversidade, quanto abaixo dele, em recursos hídricos e minerais. Empresas que atuam no setor de mineração estão presentes por todo o território nacional, gerando uma quantidade enorme de resíduos de pouco ou nenhum valor agregado, que são depositados em barragens. O presente trabalho busca estudar uma forma de destinar resíduos para uma aplicação sustentável e mais segura, utilizando-os no desenvolvimento de materiais compósitos com matriz de alumínio reforçados com partículas dispersas em proporções mássicas de 5, 10 e 15% de resíduos de minério de manganês provenientes de Morro da Mina, em Conselheiro Lafaiete, Minas Gerais. Os pós foram homogeneizados manualmente em gral de ágata, por 60min e, posteriormente, fez-se a compactação da mistura com pressão de compactação de 173,48MPa. As amostras compactadas foram sinterizadas ao ar natural, nas temperaturas de 550°C e 600°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min, permanecendo nos respectivos patamares por 2h. Os compósitos sinterizados foram caracterizados por perda de massa, densidade geométrica, difração de raios X, área superficial BET, MO, MEV/EDS, análise de imagem e ensaios de compressão. A resistência mecânica de todos os compósitos foi superior à do alumínio puro. Todas as amostras, tanto as de alumínio puro quanto as reforçadas com finos de minério de manganês, apresentaram ganho de massa e de volume após a sinterização. Os maiores valores de resistência mecânica foram observados nas amostras com 10% de reforço de resíduos de minério de manganês. Observou-se uma redução nos valores de densidade geométrica das amostras sinterizadas, quando comparadas às amostras a verde. As amostras mais densas foram aquelas contendo 10% de finos, seguidas pelas amostras com 15% de finos. Como observado em outros compósitos com matriz de alumínio reforçados com partículas cerâmicas, as amostras que continham maior proporção de reforço apresentaram maior porosidade, além de uma pior interface matriz/reforço. A porosidade das amostras aumentou continuamente com a porcentagem de reforço, chegando ao pico com 15% de finos sinterizadas a 600°C. Comparando com as amostras de alumínio puro, os maiores aumentos nos valores de limite de escoamento foram observados nas amostras contendo 10% de finos de minério de manganês, sendo 121,8% para a sinterização a 550°C e 116,9% quando sinterizadas a 600°C.

Palavras-chave: materiais compósitos com matriz de alumínio, resíduos de mineração, sinterização.

ABSTRACT

Brazil is a country known to be rich in natural resources, as on the ground, in terms of biodiversity, as below it, in water and mineral resources. Mining industries are present throughout the country, generating an enormous amount of tailings with little or no commercial value, which is deposited in tailings dams. The present work aims to study a way to dispose of these tailings for a sustainable and safer application, using them in the manufacture of composite materials with aluminum matrix reinforced with dispersed particles, in mass proportions of 5, 10 and 15% of tailings from manganese ore. The tailings are from Morro da Mina, in Conselheiro Lafaiete, Minas Gerais. The powders were manually homogenized in an agate mortar for 60min and, later, the mixture was compacted with a compaction pressure of 173.48MPa. The compacted samples were sintered in natural air, at temperatures of 550°C and 600°C, with a heating rate of 5°C/min, remaining at each temperature levels for 2h. The sintered composites were characterized by mass loss, geometric density, X-ray diffraction, BET surface area, OM, SEM/EDS, image analysis and compression tests. The mechanical strength of all composites was superior to that of pure aluminum. All samples gained mass and volume after sintering. The highest values of mechanical strength were observed in samples with 10% reinforcement of manganese ore tailings. The values of the geometric density from sintered samples were lower than the green ones. The values of density of the samples containing 10% tailings were the highest, followed by samples with 15%. Samples containing more quantity of reinforcement presented more porosity, in addition a worse matrix/reinforcement interface. The samples porosity increased continuously with the percentage of reinforcement, reaching the highest values in the samples containing 15% of tailings sintered at 600°C. The greatest values of yielding strength were observed in the samples containing 10% manganese ore tailings, values of 121.8% for sintering at 550°C and 116.9% when sintering at 600°C, comparing with pure aluminum.

Key words: aluminum matrix composites, tailings, sintering.

LISTA DE SIMBOLOS

CMC – Compósito de matriz cerâmica;

CMM – Compósito de matriz metálica;

CMO- Compósito de matriz orgânica;

CMP – Compósito de matriz polimérica;

LE – Limite de Escoamento;

LR – Limite de Resistência;

RMM – Rejeito de minério de manganês.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - As diversas características geométricas e espaciais da fase dispersa: a) concentração, b) tamanho, c) forma, d) distribuição e e) orientação.....	6
Figura 2 - Classificação dos vários tipos de compósitos.....	6
Figura 3 - Modificações durante o primeiro estágio da sinterização: a) partículas iniciais, b) rearranjo e c) formação do pescoço.....	16
Figura 4 - Modificações durante o segundo estágio da sinterização: a) crescimento do pescoço e redução do volume, b) crescimento dos contornos de grão e c) crescimento contínuo do pescoço e dos contornos de grão, e crescimento dos grãos.....	17
Figura 5 - Pó de alumínio fornecido pela ALCOA.....	20
Figura 6 - Resíduos finos de minério de manganês.....	21
Figura 7 - Gral de ágata com pistilo, à esquerda, e balança Sartorius à direita.....	23
Figura 8 - Balança hidráulica Nowak.....	24
Figura 9 - Amostras verdes.....	25
Figura 10 – Forno mufla Fortlab.....	26
Figura 11 - Aspecto geral das amostras pós-sinterização.....	26
Figura 12 - Montagem do dessecador e bomba de vácuo.....	27
Figura 13 – Lixadeira/politriz metalográfica da marca Arotec, modelo Aropol 2V.....	28
Figura 14 - Politriz de modelo Minimet, da marca Buehler.....	29
Figura 15 - Microscópio eletrônico de varredura Jeol JMS 6510.....	30
Figura 16 – Quantachrome NOVA 1200e.....	31
Figura 17 - Distribuição granulométrica do pó de alumínio.....	36
Figura 18 - Distribuição granulométrica do rejeito de minério de manganês.....	37
Figura 19 - Difratoograma do pó de alumínio.....	38
Figura 20 - Difratoograma dos finos de minério de manganês.....	39
Figura 21 - Difratoograma dos finos de minério de manganês menores que 38 μ m.....	40
Figura 22 - Relação entre perda/ganho de massa para cada condição de trabalho.....	41

Figura 23 - Relação entre densidade geométrica a verde (em amarelo) e após a sinterização das amostras (em azul).	44
Figura 24 - Compósito Al-5% de resíduos de minério de manganês, sinterizado a 550°C.	45
Figura 25 - Compósito Al-5% de resíduos de minério de manganês, sinterizado a 600°C.	46
Figura 26 - Compósito Al-10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.....	47
Figura 27 - Compósito Al-10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.....	47
Figura 28 - Compósito Al-15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.....	48
Figura 29 - Compósito Al-15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.....	48
Figura 30 - Compósito com 5% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.....	50
Figura 31 - Compósito com 5% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.....	51
Figura 32 - Compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.....	52
Figura 33 - Compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.....	53
Figura 34 – Micropartícula no compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.	54
Figura 35 - Compósito com 15% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.....	54
Figura 36 - Compósito com 15% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.....	55
Figura 37 - Mapa e análise química EDS do compósito com 5% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.....	56
Figura 38 - Mapa e análise química EDS do compósito com 5% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.....	56
Figura 39 - Mapa e análise química EDS do compósito com 10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.....	56

Figura 40 - Mapa e análise química EDS do compósito com 10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.....	57
Figura 41 - Mapa e análise química EDS do compósito com 15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.....	57
Figura 42 - Mapa e análise química EDS do compósito com 15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.....	57
Figura 43 – Amostras com 5% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	58
Figura 44 - Amostras com 5% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	58
Figura 45 - Amostras com 10% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	59
Figura 46 - Amostras com 10% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	59
Figura 47 - Amostras com 15% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	60
Figura 48 - Amostras com 15% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.	60
Figura 49 - Porcentagem de porosidade longitudinal.....	61
Figura 50 - Porcentagem de porosidade transversal.....	61
Figura 51 - Aspecto das curvas tensão x deformação dos compósitos sinterizados a 550°C: a) Al puro, b) Al-5% de finos, c) Al-10% de finos e d) Al-15% de finos.	62
Figura 52 - Aspecto das curvas tensão x deformação dos compósitos sinterizados a 600°C: a) Al puro, b) Al-5% de finos, c) Al-10% de finos e d) Al-15% de finos.	63
Figura 53 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C.	66
Figura 54 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C.	67
Figura 55 - Aspecto geral das amostras após a compressão.....	68

Figura 56 - Aspecto geral das amostras após a compressão.....	68
Figura 57 - Aspecto geral das amostras após a compressão.....	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Temperaturas e tempos de sinterização.....	15
Tabela 2 - Variáveis e indicadores.	33
Tabela 3 - Composição química do pó de alumínio.	35
Tabela 4 - Massa retida nas peneiras da Série Tyler do rejeito de minério de manganês.	35
Tabela 5 - Compostos presentes nos finos de minério de manganês, segundo o difratograma da Figura 20.....	39
Tabela 6 - Compostos presentes nos finos de minério de manganês menores que 38µm, segundo o difratograma da Figura 21.	40
Tabela 7 - Área superficial.	41
Tabela 8 - Densidade geométrica dos compósitos (g/cm ³).	43
Tabela 9 - Limite de escoamento médio para as diferentes condições de trabalho (MPa).....	64
Tabela 10 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C.	65
Tabela 11 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C.	67

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.....	3
1.4	Estrutura do Trabalho	4
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1	Materiais compósitos.....	5
2.1.1	Tipos de materiais compósitos	6
2.1.2	Tipos de matrizes de materiais compósitos	8
2.1.3	Processos de fabricação de materiais compósitos	10
2.1.4	Compósitos com matriz de alumínio	10
2.2	O minério de manganês	13
2.3	Sinterização	14
3	MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1	Tipo de pesquisa	19
3.2	Materiais e Métodos	20
3.2.1	Materiais	20
3.2.2	Amostras.....	21
3.2.3	Obtenção e caracterização das amostras.....	22
3.2.4	Caracterização microestrutural	27
3.2.5	Caracterizações físicas.....	31
3.3	Variáveis e indicadores.....	32
3.4	Instrumento de coleta de dados	33
3.5	Tabulação dos dados.....	33
3.6	Considerações finais	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
4.1	Composição química e análise granulométrica	35
4.2	Difração de raios X.....	37
4.3	Área superficial BET	40

4.4	Análise de massa	41
4.5	Densidade geométrica.....	42
4.6	Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Energia Dispersiva .	44
4.7	Análise de imagem para determinação da porcentagem de porosidade	58
4.8	Ensaio de compressão	62
5	CONCLUSÕES.....	70
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72

1 INTRODUÇÃO

1.1 Formulação do Problema

O conhecimento sobre os materiais multifásicos é milenar. Entretanto, apenas na metade do século XX se deu o devido reconhecimento aos compósitos como materiais muito importantes no desenvolvimento da engenharia. A grande vantagem dessa nova classe de materiais é a possibilidade de obter uma combinação de propriedades que não são encontradas nos materiais convencionais. Por exemplo, a indústria aeroespacial tem grande interesse em materiais que possuem elevada resistência mecânica, resistência à abrasão e à corrosão e, ao mesmo tempo, baixa massa específica (CALLISTER, 2012).

Os compósitos são constituídos por duas fases, denominadas fase matriz e fase de reforço. Quanto à matriz, os principais materiais compósitos podem ser com matriz polimérica (CMP), com matriz metálica (CMM) e com matriz cerâmica (CMC). As duas primeiras classificações permitem maior ductilidade, enquanto a terceira possibilita alta resistência mecânica. Quanto à fase de reforço, os compósitos podem ser reforçados com partículas, com fibras ou estruturais (LEVY NETO; PARDINI, 2006; CALLISTER, 2012).

O alumínio é um elemento de destaque para a obtenção de compósitos de matriz metálica por causa de sua ductilidade e leveza, quando comparado ao aço. A adição de reforços particulados na matriz de alumínio é muito estudada porque o reforço particulado influencia positivamente na estabilidade térmica e melhora a resistência ao desgaste em relação à matriz. Diversos processos de fabricação têm sido utilizados no desenvolvimento desses compósitos, dentre eles o processo de sinterização (LEVY NETO; PARDINI, 2006; BROPHY *et al.*, 1972).

Segundo o Ministério de Minas e Energia (2014), o setor mineral constitui uma parte considerável do PIB e das exportações brasileiras, cerca de 4% e 23,5%, respectivamente, gerando muitos empregos e abastecendo muitos outros setores da economia. Entretanto, a gestão dos rejeitos produzidos pelos processos industriais é um assunto de destaque e ganhou a atenção da mídia com o rompimento de duas barragens no estado de Minas Gerais, uma em Mariana (2015) e outra em Brumadinho (2019).

A maior parte dos rejeitos provém da etapa de beneficiamento, quando o minério extraído é separado em duas partes: concentrado, que possui minerais com grande concentração do elemento desejado, e ganga (ou rejeito), que é constituído de outros minerais que não são aproveitados no processo. Os rejeitos da mineração podem ser aproveitados substituindo matérias primas mais caras ou escassas, desde que o impacto causado por essa substituição seja baixo, não prejudicando a aplicação ou o desempenho do material produzido. Um efeito secundário, mas muito bem-vindo dessa aplicação, além da redução do custo, é a redução do impacto ambiental relacionado à extração da matéria prima original e ao descarte dos rejeitos de minério.

As pesquisas com materiais compósitos buscam trabalhar a sinergia entre diversas combinações de materiais, chegando a superar as qualidades individuais de cada material envolvido. A partir de trabalhos preliminares, presume-se que os resíduos produzidos pela exploração do minério de manganês possuem potencial quando combinados com matriz de alumínio, para obter compósitos com elevada resistência mecânica.

Neste trabalho, propõe-se o estudo de compósitos de resíduos de minério de manganês com matriz de alumínio, com as proporções de 5, 10 e 15% de reforço, utilizando o processo de sinterização ao ar natural. Diante disto, tem-se a seguinte pergunta problema:

Quais são as características de um compósito com matriz de alumínio reforçado com resíduos de minério de manganês sinterizado ao ar natural?

1.2 Justificativa

Os materiais compósitos possuem uma ampla variedade de aplicações na indústria em geral com um crescimento em seu uso de 5% ao ano. Esses materiais foram introduzidos na indústria aeroespacial na década de 60, o que permitiu projetos estruturais mais leves e flexíveis, ao mesmo tempo que poderiam ser aplicados em condições severas de temperatura e de erosão. Desde então, a sua utilização se entendeu para os setores militar, automotivo, esportivo e vários outros (CHAWLA, 1987; REZENDE; BOTELHO, 2000).

Segundo Hagelstein (2009), a produção mundial de minério de manganês no ano de 2005, contendo 35% de Mn, foi em torno de 6 milhões de toneladas. Enquanto a produção de ligas contendo manganês foi em torno de 8 milhões de toneladas. Para obter 1 tonelada de

manganês pelo processo eletrolítico, com minério com 50% de Mn, são produzidas 1,2 toneladas de rejeito. Utilizando minérios com 20% de Mn essa quantidade sobe para sete toneladas de rejeito para cada tonelada de manganês metálico.

Estudos preliminares envolvendo resíduos de minério de manganês apontam que este material possui grande capacidade de aderência em outros materiais, além de elevada resistência mecânica quando obtidos na forma de peças sinterizadas (LIMA *et al.*, 2010; LINHARES; LIMA; LIMA, 2012; PEREIRA; LIMA; LIMA, 2014; SOUZA, 2015; LIMA; VALDUGA; LIMA, 2016).

Neste trabalho pretende-se obter e caracterizar compósitos com resíduos de minério de manganês, utilizando matriz metálica de alumínio pelo processo de sinterização ao ar natural e comparar os resultados obtidos com os dados de outros compósitos.

1.3 Objetivos

1.3.1 Geral

Obter e caracterizar compósitos de resíduos de minério de manganês obtidos por sinterização ao ar natural.

1.3.2 Específicos

- Realizar um estudo bibliográfico sobre os materiais compósitos e, em especial, sobre os compósitos de matriz de alumínio;
- Caracterizar os pós utilizados;
- Descrever as amostras sinterizadas por área superficial, densidade geométrica, MEV/EDS, microscopia ótica e ensaios de compressão.

1.4 Estrutura do Trabalho

O presente trabalho é constituído de seis capítulos, que se dividem em introdução, revisão bibliográfica, materiais e métodos, resultados e discussão e conclusões.

No primeiro capítulo é apresentada a formulação do problema, juntamente com a justificativa para a realização do trabalho e seus objetivos gerais e específicos.

Está apresentada, no segundo capítulo, a revisão bibliográfica sobre materiais compósitos e, principalmente, compósitos com matriz de alumínio.

Os materiais e métodos utilizados para obtenção e caracterização das amostras estão descritos no terceiro capítulo.

Estão expostos, no quarto capítulo, os resultados dos ensaios realizados, juntamente com suas respectivas discussões.

No quinto capítulo estão abordadas as conclusões alcançadas a partir dos resultados obtidos e das discussões realizadas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais compósitos

Os compósitos são obtidos a partir da combinação de dois (ou mais) materiais que possuem propriedades distintas. O resultado é um novo tipo de material que possui propriedades superiores às dos seus componentes, como por exemplo, uma boa resistência mecânica aliada a um menor peso, ou a manutenção de suas propriedades dielétricas em certas faixas de temperatura. Os compósitos existem de forma natural, como os dentes e os ossos dos seres vivos, e podem ser obtidos de forma industrial também, como os compósitos com matriz polimérica reforçados com fibra de carbono ou de vidro (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CALLISTER, 2012).

No estudo dos compósitos, o conhecimento do volume de cada uma de suas fases é muito importante. A fase contínua é denominada matriz, e a outra (ou outras) é denominada fase de reforço, e a forma da última também é muito importante. Se a fase de reforço se encontra na forma de lâminas (compósitos laminares), como na madeira compensada, o material sempre exibirá um comportamento anisotrópico. Já os compósitos de fibras podem ser tanto isotrópicos quanto anisotrópicos. Enquanto os compósitos particulados, desde que a fase de reforço esteja homogeneamente distribuída na matriz, terão propriedades isotrópicas (CHAWLA, 1987; ASKELAND; PHULÉ, 2008; CALLISTER, 2012).

Na Figura 1 estão apresentados exemplos de como pode ser a disposição da fase dispersa na matriz, além de vários outros parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais compósitos. Nota-se que a fase dispersa pode ser adicionada a matriz de várias formas, acarretando em propriedades mecânicas e físicas diferentes.

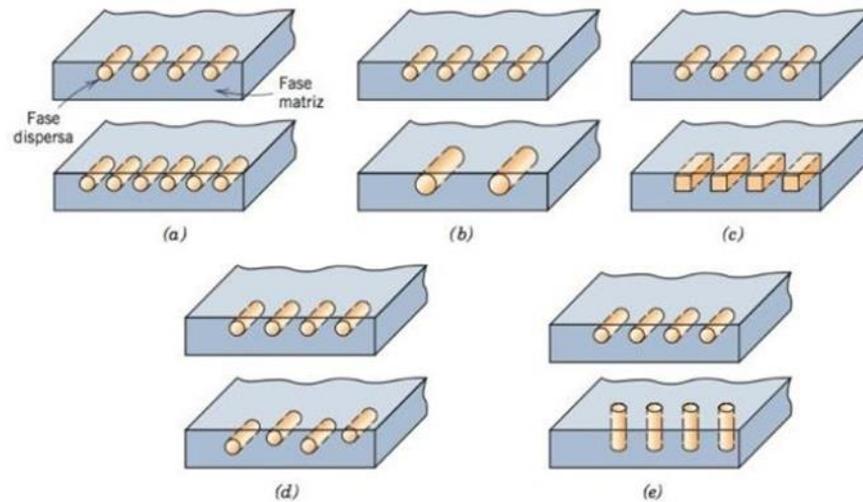


Figura 1 - As diversas características geométricas e espaciais da fase dispersa: a) concentração, b) tamanho, c) forma, d) distribuição e e) orientação.
Fonte: Adaptado de Callister (2012).

2.1.1 Tipos de materiais compósitos

Na Figura 2 estão apresentados os tipos de reforços para materiais compósitos e suas subdivisões, conforme Callister (2012).

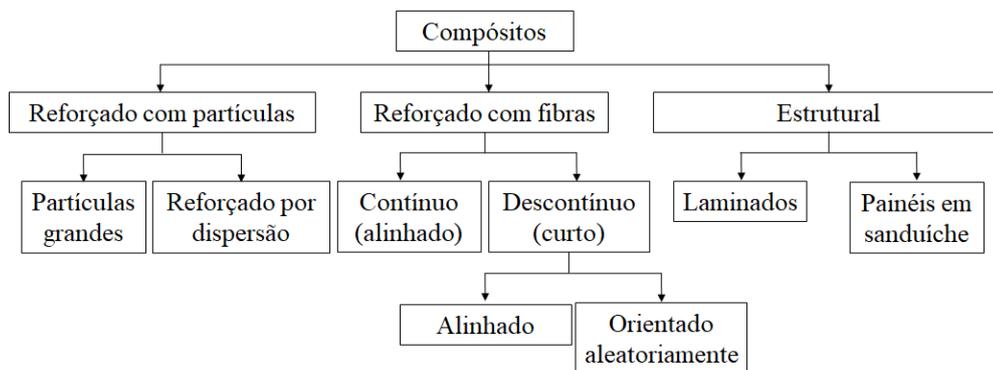


Figura 2 - Classificação dos vários tipos de compósitos.
Fonte: Adaptado de Callister (2012).

Os compósitos reforçados por partículas podem ser subdivididos em compósitos endurecidos por dispersão e compósitos particulados. Nos compósitos endurecidos por dispersão, as partículas dispersas na matriz bloqueiam a movimentação das discordâncias resultando em um material sensivelmente mais duro do que seus componentes separados. As partículas possuem diâmetro de 10 a 250nm. A resistência mecânica desses compósitos não

decai com o aumento da temperatura e apresentam uma maior resistência à fluência do que muitos metais e ligas. Para obter o efeito endurecedor, as partículas da fase de reforço não podem ser solúveis na matriz e nem reagir quimicamente com a mesma (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CALLISTER, 2012).

Os carbetos cimentados são misturas de cerâmicas duras com matrizes metálicas, produzindo compósitos muito duros, mas com uma boa resistência ao impacto. Esses materiais são utilizados para ferramentas de corte na usinagem. Rebolos para retificação são exemplos de compósitos abrasivos que também utilizam cerâmicas duras. Há compósitos particulados em contatos elétricos, com boa condutividade elétrica e resistência ao desgaste. Há também os compósitos particulados de ligas fundidas, como por exemplo, os pistões e bielas dos motores automotivos que são compostos por alumínio e carbeto de silício (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CALLISTER, 2012; CHAWLA, 1987).

Compósitos reforçados com fibras geralmente têm limite de resistência mecânica e resistência à fadiga bem elevados, tanto em temperaturas ambientes, quanto em temperaturas elevadas. Estes tipos de compósitos são conhecidos há séculos por civilizações antigas que misturavam palha ou fibras de bambu no barro para fabricação de tijolos. Hoje em dia esses compósitos são utilizados em aplicações avançadas, como em veículos e aeronaves em compósitos reforçados com fibras de carbono e de vidro. A densidade desses compósitos pode ser calculada através da regra das misturas e, caso as fibras sejam unidirecionais e contínuas, pode-se calcular também a condutividade térmica e elétrica, o módulo de elasticidade e a resistência à tração (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CALLISTER, 2012).

O comprimento e o diâmetro das fibras são fatores importantes que influenciam diretamente na capacidade de sustentação de carga e na probabilidade de falha. Quanto maior for a fração volumétrica das fibras no compósito, mais difícil será para a matriz envolver todas elas. Fibras curtas, dispostas aleatoriamente na matriz resultam em um comportamento aproximadamente isotrópico, e fibras longas, dispostas paralelamente umas às outras e na direção da tensão aplicada, resultam em uma alta resistência mecânica e rigidez. No entanto, essas propriedades são muito menores quando a tensão é aplicada perpendicularmente às fibras (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

As matrizes dos compósitos reforçados com fibras podem ser poliméricas, metálicas ou cerâmicas e sua função é de se unir às fibras, impossibilitando seu deslocamento, protegendo-as de danos durante a fabricação e utilização e, sobretudo, transferir a carga para as mesmas. A união da matriz às fibras é um ponto crítico, pois pode ser a causa de falhas

prematuras e diminuir a resistência do compósito por conta da diferença dos coeficientes de expansão térmica dos materiais. As fibras podem ser revestidas para melhorar sua união com a matriz, ou a fim de protegê-las (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Os compósitos laminares são projetados geralmente para melhorar a resistência à corrosão, preservando um baixo custo, boa resistência mecânica ou leveza. Como os compósitos laminares são muito anisotrópicos, as suas propriedades podem ser calculadas pela regra das misturas com boa precisão, nas direções paralela e perpendicular às lamelas (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CHAWLA, 1987).

Os painéis em sanduiche são uma classe de compósitos estruturais, assim como os compósitos laminares. Basicamente eles consistem em duas folhas externas separadas por um material menos denso (chamado de recheio) que também é menos rígido e resistente do que as folhas. As faces externas são compostas geralmente de ligas de alumínio, plásticos reforçados com fibras, aço, titânio ou madeira compensada. O recheio suporta as tensões perpendiculares às folhas e possui uma certa resistência ao cisalhamento. Eles são compostos por espumas, borrachas, madeira de balsa e cimentos inorgânicos. Esse tipo de compósito possui aplicações, tanto na aeronáutica, quanto na construção civil (CHAWLA, 1987).

2.1.2 Tipos de matrizes de materiais compósitos

Conforme supracitado, a fase matriz é responsável por envolver a fase de reforço e contribui para muitas das propriedades do compósito. Matrizes poliméricas ou metálicas são muito utilizadas quando se deseja uma boa ductilidade no compósito final. Atualmente, existem também as matrizes cerâmicas com melhor tenacidade à fratura (CHAWLA, 1987).

Os compósitos com matriz de polímero (PMC, *Polymer-Matrix Composites*) são amplamente utilizados em decorrência da facilidade de sua fabricação, baixo custo e boas propriedades a temperatura ambiente. Alguns exemplos muito populares são os compósitos poliméricos reforçados com fibras de vidro, de carbono ou de aramidas. Neste caso, a matriz tende a limitar as temperaturas de trabalho do compósito, uma vez que elas tendem a se degradar ou fundir em temperaturas mais baixas que as fibras. Os materiais mais empregados para matrizes poliméricas variam em questões de preço e aplicação, como os poliésteres e os vinis ésteres (mais baratos), epóxi (mais caros que os anteriores, mas possui uma melhor

resistência mecânica e à umidade), resinas poli-imidas e resinas termoplásticas para aplicações em temperaturas mais altas (CHAWLA, 1987).

Os compósitos com matriz metálica (MMC, *Metal-Matrix Composites*), quando comparados aos PMC, possuem uma faixa de temperatura de trabalho mais ampla. Não são inflamáveis e apresentam uma maior resistência a degradação quando submetido a fluidos orgânicos. Porém, esse é um tipo de matriz muito mais cara. As matrizes podem ser constituídas por superligas e outras ligas mais comuns (alumínio, magnésio, titânio e cobre) e os reforços podem ser fibrosos, particulados ou úsques. Em certos casos, a utilização ou mesmo o processamento de certas combinações de reforço e matriz podem acarretar a degradação do compósito. Esse problema pode ser evitado de duas maneiras: aplicando um revestimento superficial para proteção do reforço ou a mudança da composição da matriz. A produção deste tipo de compósito se baseia em pelo menos duas etapas que envolvem a inserção do reforço na matriz e a modelagem do compósito. Os MMC também são bastante utilizados nas indústrias aeroespacial e automobilística, em componentes de motores, por exemplo, agregando uma boa resistência ao desgaste aliada a um peso leve como nas ligas de alumínio reforçadas com fibras de carbono (ASKELAND; PHULÉ, 2008; CHAWLA, 1987).

A matriz cerâmica é particularmente interessante devido a sua resistência a temperaturas elevadas. Entretanto, o desempenho dos compósitos com matriz cerâmica (CMC, *Ceramic-Matrix Composites*) pode ser prejudicado, se não houver uma boa combinação entre a matriz e o reforço, devido à ductilidade limitada da matriz. A tendência à fratura frágil dos materiais cerâmicos também é um dos empecilhos de sua utilização em matrizes de compósitos. Como a falha dos CMC costuma se iniciar na matriz e ser barrada, ou apenas retardada, pela fase de reforço, algumas técnicas foram desenvolvidas para aumentar a tenacidade à fratura das cerâmicas. Uma delas é a obstrução das trincas através de uma técnica chamada de “aumento de tenacidade por transformação”, como por exemplo, partículas de zircônia estabilizadas na fase tetragonal (metaestável) que são dispersas na matriz. Devido à propagação de uma trinca, ocorre uma transformação dessas partículas para a fase monoclinica estável. Desse modo, acontece um sensível aumento no volume das partículas de zircônia, que induz tensões compressivas próximas às extremidades da trinca, tendendo a fechá-la, interrompendo seu crescimento. Outro método é a utilização de úsques cerâmicos que inibem a propagação de uma trinca através da deflexão de suas pontas, entre outros mecanismos. O aumento do teor de fibras também melhora a tenacidade à fratura dos compósitos. A aplicação é bastante comum em ferramentas de corte (CHAWLA, 1987).

2.1.3 Processos de fabricação de materiais compósitos

No caso dos compósitos reforçados com fibras, suas fibras podem ser fabricadas por trefilação (no caso de materiais mais dúcteis, como as poliméricas), ou por deposição por vapor químico (CVD, aplicado para fibras de boro, por exemplo). As fibras podem ser dispostas de formas variadas, como em feixes, rolos ou fitas. As fibras curtas (1cm ou menos de comprimento) podem ser misturadas com a matriz líquida ou plástica, e injetadas, no caso de matrizes poliméricas. Os compósitos também podem ser obtidos pelos métodos de fundição, no caso de matrizes metálicas. Técnicas mais refinadas podem ser utilizadas para produção de compósitos com fibras contínuas, como na produção de carrocerias automotivas. Neste caso, as fibras são dispostas em um molde, saturado com resina polimérica, são laminados e curados posteriormente. O enrolamento filamentar é uma técnica em que as fibras são enroladas com o objetivo de se obter uma forma oca e são curadas posteriormente. As fibras podem ser imersas na resina de matriz antes, durante ou depois do processo para fabricar tanques de pressão, por exemplo. Formas pré-definidas podem ser obtidas através da pultrusão. Neste processo, as fibras são desenroladas de bobinas, passam por um tanque com resina polimérica para serem impregnadas e são aglomeradas para produzir o formato desejado, sendo posteriormente aquecidas e curadas (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Os compósitos estruturais podem ser obtidos por união adesiva. Neste caso, várias camadas são sobrepostas e pressionadas em temperaturas elevadas, ou por união por deformação, geralmente utilizada para materiais metálicos, como a laminação, co-extrusão ou explosão (CHAWLA, 1987).

Os compósitos com matriz cerâmica podem ser obtidos a partir da sinterização na fase líquida, estampagem a quente e estampagem isostática a quente (CHAWLA, 1987).

2.1.4 Compósitos com matriz de alumínio

O alumínio é muito versátil para aplicações industriais devido à interessante combinação de propriedades que o material possui. Uma elevada relação resistência/densidade, alta ductilidade, baixa densidade e a passividade com relação à corrosão tornam o alumínio um metal singular para aplicação em matrizes de materiais

compósitos (FOGAGNOLO, 2000; RAHIMIAN; PARVIN; EHSANI, 2010; WANG *et al.*, 2010).

A indústria automotiva é uma das áreas que vem substituindo componentes de aço pelos mesmos componentes feitos de alumínio. Blocos de motor feitos à base desse metal são uma das opções mais viáveis para reduzir a massa de veículos, aumentando a eficiência da queima de combustível. Os compósitos com matriz de alumínio com adição de particulados cerâmicos, como carbetos de silício ou alumina, são de grande interesse para as indústrias aeroespacial, militar e eletrônica (FOGAGNOLO, 2000; RAHIMIAN; PARVIN; EHSANI, 2010).

O alumínio possui como desvantagens o baixo ponto de fusão e o maior custo de fabricação e como vantagens a ductilidade e a leveza (FOGAGNOLO, 2000).

Wang *et al.* (2010) estudaram compósitos com matriz de alumínio reforçados com partículas de Al_2O_3 obtidas *in situ*. Foi observada uma grande densidade de discordâncias na matriz de alumínio em torno das partículas de alumina, decorrente das propriedades térmicas distintas da matriz e do reforço, o que favoreceu a formação de subgrãos. Essas características inibiram a propagação de trincas e melhoram as propriedades mecânicas do compósito.

Fogagnolo (2000) desenvolveu compósitos com matriz da liga de alumínio AA6061 reforçada com Si_3N_4 , ZrB_2 e AlN por metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão. Foram observados aumentos de até 100% nos valores de limite de resistência à tração e dureza. As melhoras das propriedades mecânicas dos compósitos foram atribuídas aos óxidos e carbonetos de alumínio finos homogeneamente distribuídos pelo processo de moagem, além do arredondamento das arestas das partículas de reforço que diminui a concentração de tensões.

Ferreira (2017) estudou compósitos de matriz metálica de ligas de alumínio, reforçados com 10% em peso de nano partículas magnéticas (Fe_3SO_4), com adição de partículas de Al_2O_3 , B, Si, Ni, Cu, e Mo, via metalurgia do pó. A sinterização foi realizada em atmosfera de argônio. A porosidade observada nas amostras pela diferença entre a densidade teórica e a calculada foi atribuída ao tamanho e geometria das partículas adicionadas. Concluiu-se que os produtos obtidos foram satisfatórios, com boa distribuição do reforço e interação com a matriz, levando em conta a tecnologia e os materiais utilizados. As caracterizações realizadas apontam para uma multifuncionalidade dos compósitos obtidos.

Barbosa, Mourisco e Ambrozio Filho (2000) estudaram a microestrutura de compósitos da liga de alumínio AA1100 (tamanho médio 414 μm) reforçada com carbeto de silício (tamanho médio 9,5 μm), obtidos por moagem de alta energia. Foi observado que a existência de aglomerados e a heterogeneidade da distribuição do reforço podem resultar em vazios inclusive, no caso do SiC. Tal fato gera interfaces SiC/SiC que, além de reduzir a densidade, deterioram as propriedades mecânicas do compósito.

Araujo Filho *et al.* (2014) obtiveram compósitos de matriz de liga de alumínio AA2124, reforçados com 5%, 10%, 15% e 20% em massa de Si₃N₄ por compactação uniaxial a frio e sinterização. Foi observado que o aumento da fração de reforço provocou um aumento linear na dureza do compósito.

Rahimian, Parvin e Ehsani (2010) investigaram o tamanho das partículas e a quantidade de alumina na microestrutura, além das propriedades mecânicas de compósitos de matriz de alumínio obtidos pela técnica da metalurgia do pó. As partículas de reforço tinham tamanhos de 3, 12 e 48 μm e foram adicionadas em proporções de 5, 10 e 20%. O pó de alumínio apresentava tamanho médio de 30 μm e pureza de 99,97%. As amostras foram sinterizadas em atmosfera de argônio por 45min a 550°C. Foi observado que a dureza obtida foi maior para as maiores proporções de reforço. Adicionalmente, o decréscimo do tamanho das partículas de alumina provocou um aumento da dureza dos compósitos. A presença do reforço aumentou a tensão de escoamento em todas as proporções e granulometrias, chegando a aproximadamente 230MPa. As amostras contendo 5% de alumina apresentaram os menores ganhos em relação às amostras puras.

Mourisco (1995) realizou o desenvolvimento de compósitos de Al1100-SiC através das técnicas de metalurgia do pó e extrusão a quente. Para a obtenção deste compósito, SiC (diâmetro médio de 5 e 10 μm) foi adicionado ao pó de alumínio (diâmetro médio de 44 μm) em proporções mássicas de 5, 10 e 15%. Com o aumento da porcentagem de SiC, foi observado aumento progressivo nos valores de limite de escoamento e de resistência, enquanto o alongamento e a estrição diminuíram. Os maiores aumentos no LE e no LR foram observados para as amostras contendo 15% de SiC. Todas as amostras apresentaram LE e LR superiores aos do alumínio puro, alongamento e estrição inferiores.

Akbari, Baharvandi e Mirzaee (2014) investigaram a influência de partículas de alumina, de diversos tamanhos (50 μm , 10 μm e 20nm), em compósitos com matriz da liga de alumínio A356. Foram produzidos compósitos com 0, 0,5, 1,5, 2,5, 3,5, 5 e 7% em volume de reforço. As temperaturas de processamento foram de 750, 800 e 900°C, em um forno com

atmosfera de argônio. Foi constatado que a porosidade de todos os compósitos foi maior que a porosidade da liga não reforçada. Para todos os compósitos a dureza foi superior à da liga não reforçada. O LRT (214MPa) e o módulo de Young (78GPa) foi maior para os compósitos contendo 1,5% de reforço com tamanho de 20nm. Os maiores valores de LRT foram observados conforme a granulometria era diminuída. Percebeu-se também que o aumento da temperatura de processamento resultou na diminuição nos valores das propriedades mecânicas. O limite de resistência à compressão (LRC) dos compósitos reforçados com nano partículas também apresentou resultados superiores aos dos compósitos reforçados com micropartículas e os resultados foram maiores para os maiores volumes de reforço.

2.2 O minério de manganês

O manganês é um elemento químico situado no grupo 7 da classificação periódica dos elementos e, segundo ABREU (1973), equivale a 0,09% em peso na crosta terrestre. Seu número atômico é 25, massa atômica igual a 54,938u, sua densidade situa-se por volta de 7,20 e 7,40g/cm³ e seu ponto de fusão é de 1244°C. Esse metal possui uma cor cinza brilhante, parecida com o ferro e é muito duro.

O manganês é encontrado na natureza em mais de cem minerais, na forma de óxidos, hidróxidos, silicatos, carbonatos e sulfetos, se apresentando nos estados bi, tri e tetravalente (REIS, 2005; FARIA 2011), sendo os principais minerais a pirolusita, criptomelana, hausmannita, pisomelano e braunita (ABREU, 1973).

O manganês é utilizado, principalmente, como elemento de liga na produção de ligas de aço, com o objetivo de remover o enxofre e o oxigênio em seu processo de fabricação por ser mais oxidável que o ferro, aplicação que corresponde a, aproximadamente, 90% da produção anual. O manganês é o quarto elemento mais utilizado no mundo, só perdendo para o ferro, o alumínio e o cobre, sendo aplicado também na fabricação de pilhas eletrolíticas, fertilizantes, cerâmicas, vernizes, tintas e reagentes químicos (SANTANA, 2009; SANTANA, 2014).

Os tipos dos depósitos de manganês no território brasileiro podem ser divididos em sedimentares, metamórficos e enriquecimento supergênico ou residual (ABREU, 1973). Dentre esses depósitos, os mais importantes do Brasil são o de Urucum, no estado do Mato

Grosso do Sul, Azul, no Pará e Morro da Mina, em Minas Gerais. No depósito situado em Urucum, o manganês é do tipo sedimentar e ocorre na forma de óxidos primários, sendo o minério composto, principalmente, por criptomelana e pirolusita. Na mina de Morro da Mina encontra-se rodocrosita, piroxangita, espessartita e tefroita, com poucas frentes de óxidos, como a pirolusita, criptomelana e manganita. Na mina de Azul, a maior da América Latina, o minério é encontrado principalmente na forma de óxidos (FARIA, 2011).

2.3 Sinterização

A sinterização é uma etapa fundamental do processo de metalurgia do pó, sendo, muitas vezes, a última fase da consolidação dos pós. Seu objetivo, resumidamente, seria diminuir a quantidade de poros do material inicial, acompanhada por um “encolhimento” e uma ligação forte entre partículas adjacentes. Consiste no aquecimento dos materiais compactados a temperaturas elevadas, porém abaixo do ponto de fusão do principal constituinte. As variáveis envolvidas no processo de sinterização são: tempo, temperatura e atmosfera (CHIAVERINI, 1992; RICHERSON, 1992).

Os mecanismos primários envolvidos na sinterização estão ligados com os fenômenos de transporte de massa, como a difusão (no estado sólido, principalmente) e o fluxo viscoso, que são processos termicamente ativados (RICHERSON, 1992).

A temperatura aplicada durante o processo de sinterização varia de $2/3$ a $3/4$ da temperatura de fusão do material considerado. Algumas temperaturas e tempos de sinterização mais usuais, de acordo com o material, podem ser vistas na Tabela 1 (CHIAVERINI, 1992).

Chiaverini (1992) cita que o ambiente em que ocorre a sinterização também afeta as propriedades do produto final, o que pode ser controlado através do emprego das chamadas “atmosfera protetoras”, com os seguintes objetivos:

- Evitar reações químicas entre o compactado verde com o meio ambiente, como a oxidação, por exemplo;
- Remover impurezas presentes no compactado, principalmente películas de óxidos;

- Fornecer elementos químicos para se ligarem com o compactado.

Chiaverini (1992) também cita as atmosferas utilizadas para os materiais:

- Bronze, cobre, latão, ferro e ligas ferro-grafita-cobre, níquel: hidrogênio, nitrogênio (ou ambos combinados), amônia dissociada, gás endotérmico ou gás exotérmico;
- Aço inox: hidrogênio, amônia dissociada ou vácuo;
- Ímãs Alnico: hidrogênio;
- Tântalo: vácuo, argônio ou hélio;
- Carboneto de tungstênio e tungstênio: hidrogênio ou vácuo.

Tabela 1 - Temperaturas e tempos de sinterização.

Material	Temperatura (°C)	Tempo (min)
Bronze	760-860	10-20
Cobre	845-900	12-45
Ferro, ferro-grafita, etc.	1010-1150	8-45
Aço inoxidável	1095-1290	30-60
Ímãs Alnico	1205-1300	120-150
90W-6Ni-4Cu	1345-1595	10-120
Molibdênio	2055	aprox. 120
Tungstênio	2345	aprox. 480
Tântalo	aprox. 2400	aprox. 480

Fonte: Adaptado de Chiaverini (1992).

Segundo Chiaverini (1992), a prática da sinterização depende fundamentalmente do controle das variáveis do processo. Os pós utilizados podem ser provenientes de um único metal, ou de ligas comuns, ou de uma solução sólida, ou de uma mistura de vários pós, em porcentagens pré-determinadas. O entendimento do comportamento das misturas durante o processo é essencial e a base para esse entendimento são os fenômenos de ligação que ocorrem na sinterização de um metal puro, que, inicialmente, passam pelo fechamento dos poros, cristalização e crescimento de grãos. Pode ocorrer, ainda, a fusão de um dos componentes da liga, quando os fenômenos anteriores são estendidos para pós pré-ligados, sendo solução sólida ou não.

A sinterização é, essencialmente, um processo caracterizado pela difusão na fase sólida, porém a presença da fase líquida favorece a ligação das partículas metálicas entre si, diminuindo a porosidade do material sinterizado (CHIAVERINI, 1992).

As mudanças físicas que ocorrem durante o processo podem ser separadas em estágios, nos quais as partículas vão se ligando e, gradativamente, reduzindo a porosidade do material compactado. O primeiro estágio é caracterizado por um rearranjo das partículas, aumentando o número de pontos de contato entre elas e o início da formação de um “pescoço” nesses pontos de contato, que pode ser observado na Figura 3 (os poros do compactado são representados na cor preta) (CHIAVERINI, 1992; RICHERSON, 1992).

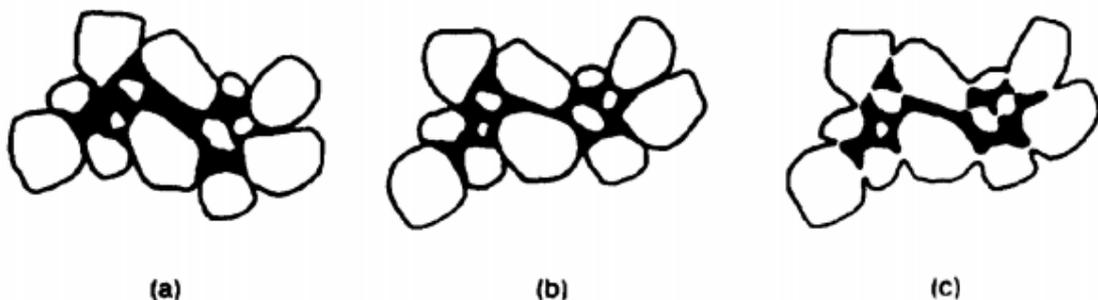


Figura 3 - Modificações durante o primeiro estágio da sinterização: a) partículas iniciais, b) rearranjo e c) formação do pescoço.

Fonte: Adaptado de Richerson (1992).

Analisando a Figura 3, pode ser observado que as principais modificações no primeiro estágio da sinterização são relacionadas à densificação e a diminuição dos vãos entre as partículas.

No segundo estágio, Figura 4, ocorre o crescimento desses pescoços, e, conseqüentemente, a redução da porosidade e uma aproximação do centro das partículas. No terceiro estágio ocorre a maior redução na porosidade do material (CHIAVERINI, 1992; RICHERSON, 1992).

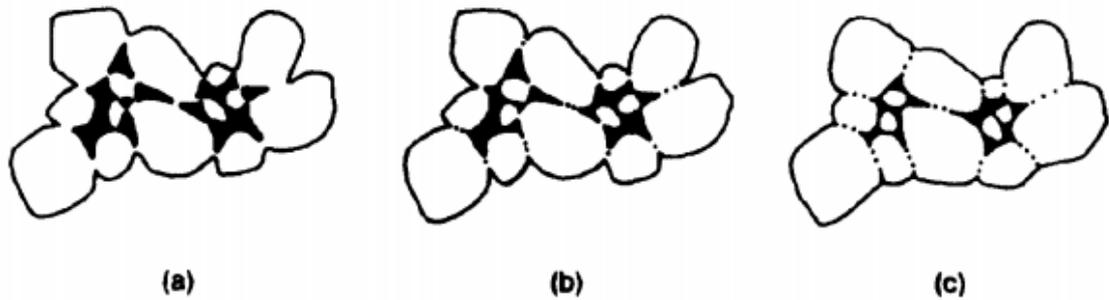


Figura 4 - Modificações durante o segundo estágio da sinterização: a) crescimento do pescoço e redução do volume, b) crescimento dos contornos de grão e c) crescimento contínuo do pescoço e dos contornos de grão, e crescimento dos grãos.

Fonte: Adaptado de Richerson (1992).

Na Figura 4, pode ser observado que a redução da porosidade é menor, mas ocorre uma maior aproximação entre os centros das partículas adjacentes.

Segundo Chiaverini (1992), partículas de tamanhos menores tornam a sinterização mais efetiva. Esse fato pode ser facilmente ligado à maior área de contato que acontece entre as partículas menores, favorecendo o transporte de material e a formação do pescoço, e criando mais “caminhos” para a difusão volumétrica.

A forma das partículas permite um contato mais íntimo entre elas. Sendo assim, as formas geométricas mais favoráveis são de pequenas esferas e rugosidades mais acentuadas, tanto micro quanto macro superficiais. Novamente, a explicação teórica atrelada a esse favorecimento reside na facilitação dos mecanismos de transporte de massa (CHIAVERINI, 1992).

Segundo Chiaverini (1992), a estrutura interna das partículas também influencia na sinterização, sendo que seu refinamento tem um efeito positivo no processo, facilitando os mecanismos de transporte de massa. As imperfeições cristalinas, como as discordâncias causadas pela deformação plástica na compactação a frio, acentuam a difusão. A porosidade interna das partículas também beneficia o processo. Entretanto, as transformações alotrópicas que ocorrem no aquecimento podem prejudicar a sinterização, pois a menor densidade dos cristais facilita a movimentação atômica.

Chiaverini (1992) cita que a sinterização é prejudicada pelas impurezas superficiais, assim como a presença de átomos impuros no reticulado das partículas.

Verifica-se que, ao contrário do que se pensaria numa análise preliminar, uma densidade menor favoreceria o mecanismo de sinterização, nota-se, na prática, que uma densidade a verde maior produz um sinterizado mais denso (CHIAVERINI, 1992).

Os mecanismos de difusão, sabidamente, dependem fortemente da temperatura, então o seu aumento torna muito mais rápida a velocidade e a quantidade de qualquer modificação que ocorre durante a sinterização.

O tempo é outro fator ao qual os mecanismos de difusão estão intimamente ligados. O grau de sinterização aumenta diretamente com o aumento do tempo à temperatura fixada. Porém, um aumento exagerado no tempo de sinterização não é recomendado, primeiro porque as principais modificações ocorrem no início do processo e segundo porque ocorre uma perda na força motora para a remoção da porosidade.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Tipo de pesquisa

Os projetos de pesquisa podem ser classificados de diversas maneiras, que incluem os objetivos do projeto, a abordagem e os procedimentos técnicos adotados.

Considerando os objetivos e de acordo com Gil (2002), o presente trabalho pode ser classificado como uma pesquisa explicativa, devido à preocupação em identificar os fatores responsáveis pelas características dos materiais estudados, ou seja, o estudo de compósitos de resíduos de minério de manganês obtidos por sinterização ao ar natural. O intuito é explicar o porquê dos resultados obtidos através dos estudos explicativos. Outra característica de pesquisas explicativas é o foco exclusivo no método experimental.

Quanto a abordagem, de acordo com Richardson (1999), o presente trabalho pode ser classificado como uma pesquisa que utiliza o método quantitativo, que “representa, em princípio, a intenção de garantir a precisão dos resultados, evitar distorções de análise e interpretação”.

Por fim, o procedimento técnico utilizado permite classificar o presente trabalho como uma pesquisa bibliográfica e experimental. Uma pesquisa bibliográfica, segundo Gil (2002), é desenvolvida a partir de material já elaborado que pode ser encontrado em livros, trabalhos acadêmicos e artigos científicos publicados em revistas e periódicos. Este material foi utilizado na revisão bibliográfica e na discussão dos resultados obtidos. Já a pesquisa experimental, segundo o mesmo autor, é conduzida de forma que o objeto de estudo seja determinado, as variáveis que influenciam no objeto de estudo sejam selecionadas e seus efeitos no objeto sejam observados e estudados.

3.2 Materiais e Métodos

3.2.1 Materiais

Foi utilizado pó de alumínio ($D_{90}=135,04\mu\text{m}$), fornecido pela ALCOA, para a confecção da fase matriz, Figura 5. A fase dispersa foi composta por pó de resíduos finos de minério de manganês proveniente do Morro da Mina, em Conselheiro Lafaiete, Minas Gerais, Figura 6. Os finos de minério, devido a sua origem, foram calcinados a uma temperatura de 800°C por 2h, objetivando a eliminação de produtos voláteis do minério.



Figura 5 - Pó de alumínio fornecido pela ALCOA.
Fonte: Pesquisa direta (2021).



Figura 6 - Resíduos finos de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

A compactação foi realizada em matrizes de aço temperado e revenido SAE 4340, possuindo diâmetro interno igual a 6mm. Uma massa de 0,48g de mistura homogeneizada foi vazada na matriz para obtenção das amostras à verde que apresentaram uma altura média de 7mm.

3.2.2 Amostras

Foram confeccionadas 10 amostras para cada proporção mássica de finos de minério de manganês pré-estabelecidas, sendo 0%, 5%, 10% e 15%. Cinco amostras de cada uma das proporções de minério foram sinterizadas a 550°C e as outras cinco a 600°C durante 2h ao ar natural.

De cada condição de trabalho foram destinadas três amostras para os ensaios de compressão. Outra foi destinada para microscopia ótica e a última para ensaio de área superficial BET. As amostras de alumínio puro foram utilizadas apenas no ensaio de compressão para comparação dos resultados com as outras condições de trabalho.

3.2.3 Obtenção e caracterização das amostras

3.2.3.1 Análise granulométrica

Os pós de resíduos de minério de manganês foram moídos e peneirados à úmido em uma série de peneiras Tyler e secados em estufa. O peneiramento foi realizado em peneiras com malhas de 300, 212, 150, 106, 75, 53 e 38 μ m.

As amostras com tamanho menor que 38 μ m foram separadas e enviadas para um granulômetro a laser, modelo 1064, da marca Cilas. Os ensaios foram realizados no Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.3.2 Difração de raios X

As caracterizações dos pós de alumínio, dos resíduos de minério de manganês e dos produtos sinterizados foram realizadas por difração de raios X no Laboratório de Microscopia Óptica e Difração de Raios X do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.3.3 Determinação das massas e homogeneização

A homogeneização das misturas de pó de alumínio com finos de minério de manganês foi realizada seguindo as proporções pré-estabelecidas, em quantidade suficiente para a confecção de dez amostras, durante uma hora e a seco em um gral de ágata com pistilo. Foi determinado, experimentalmente, que seriam necessárias 0,48g de mistura para confeccionar uma amostra com 6mm de diâmetro e altura em torno de 7mm. A balança utilizada na medição da massa e o gral de ágata podem ser observados na Figura 7.



Figura 7 - Gral de ágata com pistilo, à esquerda, e balança Sartorius à direita.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

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

3.2.3.4 Compactação

A massa de material para cada amostra foi mensurada na balança supracitada no item 3.2.3.3. Antes de iniciar a compactação, a matriz foi devidamente lubrificada utilizando pó de carvão mineral ativado, assim como o seu êmbolo e sua parte inferior. Após a lubrificação, a matriz e sua parte inferior foram encaixadas e posicionadas sobre uma bancada plana. Então, uma massa de aproximadamente 0,48g da mistura homogeneizada foi colocada na parte cilíndrica da matriz com o auxílio de um funil de vidro. Finalmente, o êmbolo foi cuidadosamente inserido na matriz, evitando que a mistura fosse pressionada. O conjunto foi levado para uma prensa hidráulica da marca Nowak, Figura 8.



Figura 8 - Balança hidráulica Nowak.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

A carga aplicada pela prensa sobre as amostras foi de $0,5t_f$, resultando em uma pressão de compactação de aproximadamente $173,42\text{MPa}$. O tempo de aplicação da carga, mensurado com um cronômetro manual, foi de um minuto.

Após a compactação, as amostras foram retiradas de dentro da matriz com o auxílio de um êmbolo de aço temperado SAE 4340, do mesmo conjunto da matriz utilizada, usando a prensa para pressionar a matriz contra o seu êmbolo e remover a amostra de seu interior. Tendo removido a amostra do seu interior, a matriz foi limpa e o material aderido em seu interior foi removido, para evitar seu emperramento. As amostras verdes, posicionadas na barquinha para sinterização, podem ser observadas na Figura 9.

A compactação foi realizada no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.



Figura 9 - Amostras verdes.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

3.2.3.5 Sinterização

As sinterizações foram realizadas em um forno mufla da marca Fortlab, ao ar natural. As amostras foram posicionadas em três barquinhas de alumina, cinco em cada, separadas por proporção de reforço. As temperaturas de sinterização foram de 550°C e 600°C, e, em ambos os casos, o forno foi programado para aquecer a uma taxa de 5°C/min, permanecendo no patamar preestabelecido por 2h. O resfriamento das amostras foi realizado dentro do próprio forno até a temperatura de 100°C e, posteriormente, ao ar livre até que atingissem a temperatura ambiente. O forno utilizado pode ser visto na Figura 10, e o aspecto geral das amostras pós-sinterização na Figura 11.



Figura 10 – Forno mufla Fortlab.
Fonte: Pesquisa direta (2021).



Figura 11 - Aspecto geral das amostras
pós-sinterização.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

As sinterizações foram realizadas no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.4 Caracterização microestrutural

3.2.4.1 Preparação metalográfica

Dentre as amostras que foram reforçadas com finos de minério de manganês, foi selecionada uma de cada condição de trabalho, totalizando 6 amostras para análise microestrutural longitudinal. As 6 amostras destinadas para os ensaios de área superficial BET foram, posteriormente, embutidas transversalmente.

Para o embutimento das amostras, foi utilizado resina e endurecedor da marca Epoxiglass e um molde de borracha com volume total de 15ml da marca Arotec, lubrificado com vaselina. Foram homogeneizados 10ml de resina com 5ml de endurecedor (proporção 2:1) e despejados sobre as amostras posicionadas no fundo do molde de borracha. O molde foi então posicionado dentro de um dessecador, que estava conectado a uma bomba, Figura 12. A bomba, que retirou todo o ar do dessecador deixando as amostras no vácuo, permaneceu ligada por 15 minutos. Então, a válvula do dessecador foi fechada e as amostras permaneceram em seu interior por 24h.



Figura 12 - Montagem do dessecador e bomba de vácuo.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

O lixamento e o polimento das amostras foram realizados numa lixadeira/ politriz metalográfica da marca Arotec, modelo Aropol 2V, Figura 13. O lixamento foi realizado em lixas de números 220, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200, usando água em abundância durante

todo o processo. O polimento das amostras foi realizado com pastas de diamante de $6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$ durante 10min utilizando lubrificante vermelho, também da Arotec. Foi utilizado um pano de polimento adequado para cada granulometria de pasta de diamante. Depois, cada amostra foi polida por 10 minutos com alumina de $0,3\mu\text{m}$ e, posteriormente com pasta de diamante de $0,25\mu\text{m}$, também por 10 minutos. O polimento final foi realizado numa politriz de modelo Minimet, da marca Buehler, Figura 14, do Departamento de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Ouro Preto.



Figura 13 – Lixadeira/politriz metalográfica da marca Arotec, modelo Aropol 2V.
Fonte: Pesquisa direta (2021).



Figura 14 - Politriz de modelo Minimex, da marca Buehler.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

3.2.4.2 Microscopia óptica

Após a preparação metalográfica das amostras, fotomicrografias foram obtidas por meio de um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M. Após lixamento das superfícies das amostras, cinco fotomicrografias das seções transversais e longitudinais foram obtidas, sempre evitando as regiões próximas às bordas.

As imagens de microscopia ótica foram obtidas no Laboratório de Ensaio Mecânico do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.4.3 Microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia por dispersão de energia (MEV/EDS)

Para análise das microestruturas e mapeamento dos elementos químicos presentes foram obtidas imagens por meio de um microscópio eletrônico de varredura do Laboratório de Microscopia e Microanálises do Departamento de Geologia da Universidade Federal de Ouro Preto, da marca Jeol, modelo JSM 6510, com acoplamento de um sistema EDS da marca Oxford, modelo X-Max 20, Figura 15.



Figura 15 - Microscópio eletrônico de varredura Jeol JMS 6510.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

3.2.4.4 Análise de imagem para determinação de porosidade por microscopia ótica

Para as análises de imagem foram coletadas 10 imagens das secções transversais e longitudinais para cada condição de trabalho utilizando um aumento de 200X a fim de determinar a porcentagem de porosidade. 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.

As análises das imagens por microscopia ótica foram realizadas no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.5 Caracterizações físicas

3.2.5.1 BET

Uma amostra de cada condição de trabalho foi destinada para ensaios de área superficial BET utilizando um equipamento da marca Quantachrome, modelo NOVA 1200e, Figura 16.



Figura 16 – Quantachrome NOVA 1200e.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Os ensaios foram realizados no Laboratório de Propriedades Interfaciais do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

3.2.5.2 Densidade geométrica

Após a etapa de sinterização, a altura e o diâmetro das amostras foram mensurados com um paquímetro digital, da marca Mitutoyo, e suas massas na mesma balança citada no item 3.2.3.3. Todas as medições de altura e de diâmetro foram extraídas de três pontos distintos de cada amostra, sendo o valor final uma média das medições.

De posse dos dados supracitados, os valores de densidade geométrica (ou massa específica) das amostras foram calculados dividindo a suas massas pelos seus respectivos volumes.

3.2.5.3 Ensaio de compressão

Os ensaios de compressão foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG), em uma máquina universal de ensaios, da marca Time Group, modelo WDW40, com célula de carga da marca Transcell Technology Inc., modelo DBSL-SJ-10t, com capacidade de 10 toneladas. A taxa de deformação foi de $5,55 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Convencionou-se que os ensaios seriam interrompidos quando a carga atingisse, aproximadamente, 25kN.

Conforme supracitado, foram ensaiadas três amostras de cada condição de trabalho, totalizando dezoito amostras com o objetivo de se obter uma média e o seu respectivo desvio padrão.

3.3 Variáveis e indicadores

As variáveis e indicadores utilizados neste trabalho podem ser vistos na Tabela 2.

Tabela 2 - Variáveis e indicadores.

Variáveis	Indicadores
Condição dos pós	Granulometria Composição química
Amostras	Proporção mássica dos resíduos de minério de manganês
Sinterização	Temperatura Tempo
Caracterização	Área superficial BET Microscopia óptica MEV/EDS Difração de raios X Densidade geométrica Densidade aparente Ensaio de compressão

Fonte: Pesquisa direta (2021).

3.4 Instrumento de coleta de dados

A aquisição dos dados foi realizada por meio dos equipamentos que produziram resultados que puderam ser analisados por observação direta, seja por meio de visores acoplados (paquímetro, balança), tabela de dados (granulômetro) ou imagens (MO, MEV/EDS). À medida que os ensaios foram realizados, os dados foram coletados e avaliados.

3.5 Tabulação dos dados

Para o tratamento e análise dos dados obtidos por meio dos diversos ensaios realizados foi utilizado o software Microsoft® Excel. Foram elaborados tabelas e gráficos para melhor explicitar e esclarecer as análises e discussões realizadas.

3.6 Considerações finais

Este capítulo abordou, segundo a bibliografia utilizada, a classificação da pesquisa realizada quanto aos objetivos, abordagens e procedimentos técnicos. Posteriormente, foram elencados os procedimentos realizados para a caracterização das matérias-primas, para obtenção das amostras e para a caracterização destas. Foram relacionadas também as ferramentas e equipamentos utilizados em todas as etapas e os locais onde tais procedimentos foram realizados. Por fim, foram apresentadas as variáveis e seus indicadores, a forma de coleta e manipulação dos dados.

No capítulo seguinte, são apresentados os resultados e discussões oriundas da aplicação da metodologia já descrita para, finalmente, cumprir os objetivos propostos. Serão apresentados também paralelos e comparações com os trabalhos semelhantes encontrados na literatura, que foram apresentados no Capítulo 2.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Composição química e análise granulométrica

A composição química do pó de alumínio, Tabela 3, que foi utilizado como a fase matriz no compósito reforçado com finos de minério de manganês, foi fornecida pela ALCOA.

Tabela 3 - Composição química do pó de alumínio.

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

Fonte: ALCOA (2016).

O resultado da análise granulométrica para o rejeito de minério de manganês pode ser visto na Tabela 4. O peneiramento foi realizado em peneiras da Série Tyler, com malhas de 300, 212, 150, 106, 75, 53 e 38 μ m.

Tabela 4 - Massa retida nas peneiras da Série Tyler do rejeito de minério de manganês.

Abertura (μ m)	Massa retida (g)	Massa retida - Duplicata (g)	Média (g)	Média Retida Acumulada (g)	% Retida	% Retida Acumulada	% Retida Acumulada Menor
300	2,71	2,61	2,66	2,66	4,62	4,62	95,38
212	2,52	1,89	2,21	4,87	3,83	8,46	91,54
150	2,65	3,82	3,24	8,10	5,62	14,08	85,92
106	8,76	7,72	8,24	16,34	14,32	28,40	71,60
76	12,09	11,43	11,76	28,10	20,44	48,84	51,16
53	7,02	7,10	7,06	35,16	12,27	61,11	38,89
38	12,64	12,89	12,77	47,93	22,19	83,30	16,70
<38	9,62	9,60	9,61	57,54	16,70	100,00	0,00
Total	58,01	57,06	57,54	-	100,00	-	-

Fonte: Pesquisa direta (2021).

As distribuições granulométricas dos pós de alumínio e do rejeito de minério de manganês podem ser vistas nas Figuras 17 e 18, respectivamente.

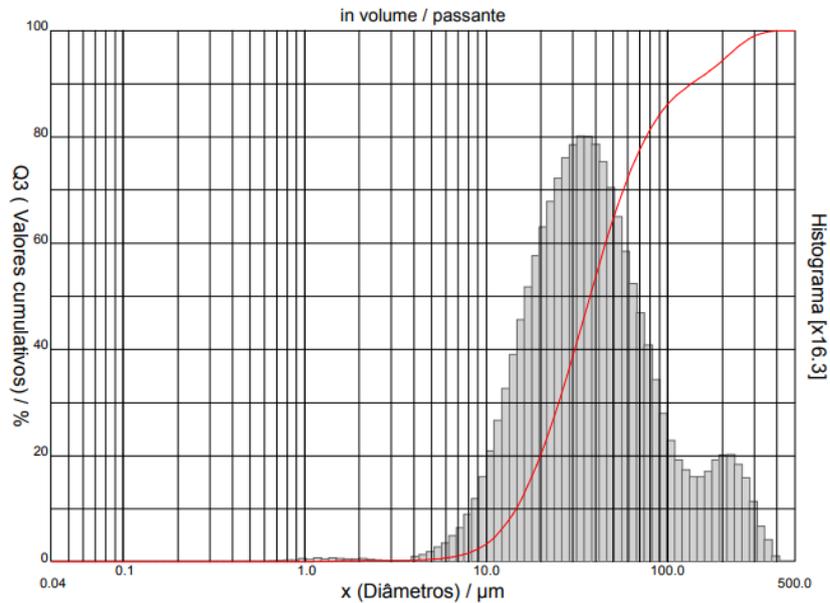


Figura 17 - Distribuição granulométrica do pó de alumínio.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pode ser observado, por meio da Figura 17, que 90% das partículas do pó de alumínio possuem diâmetro menor que $135,04\mu\text{m}$ ($D_{90} = 135,04\mu\text{m}$). Já para as partículas de rejeito de minério de manganês, constatou-se que $D_{90} = 465,63\mu\text{m}$.

Pode-se concluir, comparativamente, que as partículas do rejeito do minério de manganês são, em média, muito maiores que as partículas do pó de alumínio. Essa diferença afeta diretamente os resultados das propriedades mecânicas dos compósitos obtidos, principalmente a resistência mecânica. Partículas maiores e mais angulosas tendem a deixar o compósito obtido mais poroso, com mais vazios na interface matriz-reforço e nos aglomerados reforço-reforço, como também foi observado por Ferreira (2017).

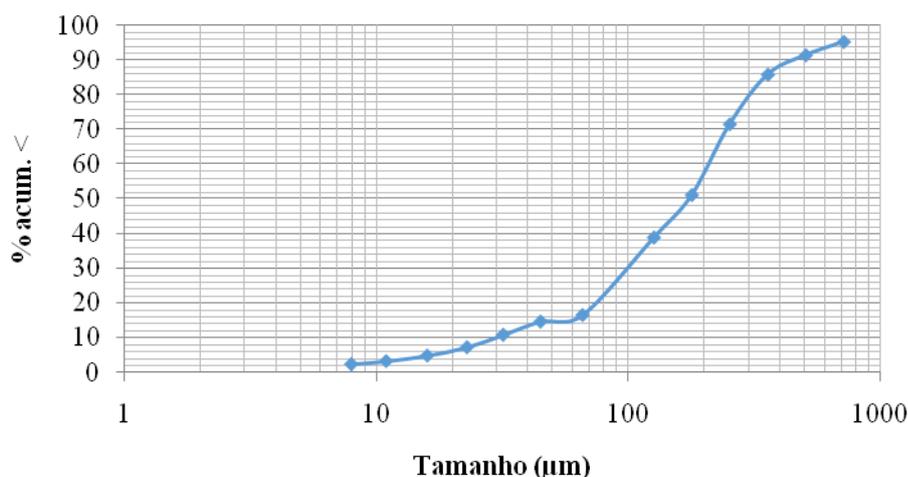


Figura 18 - Distribuição granulométrica do rejeito de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Ainda segundo Callister (2012), a função do particulado, mais duro que a fase matriz, é suportar parte da carga aplicada sobre o material (a amostra, no caso), transferindo-a para a matriz, ao mesmo tempo em que limita a movimentação da mesma em seu entorno. Logo, a interação nas interfaces matriz-reforço desempenha um papel importante na transferência de energia e uma ligação forte entre os elementos é interessante. Assim, é onde o tamanho e geometria das partículas do reforço influenciarão nas propriedades mecânicas do compósito.

No geral, o tamanho das partículas utilizadas no presente trabalho, tanto da matriz quanto do reforço, é maior do que as partículas analisadas nas bibliografias citadas.

4.2 Difração de raios X

Os difratogramas resultantes dos ensaios de difração de raios X podem ser observados nas Figuras 19 a 21, para o pó de alumínio, para os finos de minério de manganês e para os finos de minério de manganês menores que 38µm, respectivamente. No difratograma do pó de alumínio nota-se que todos os picos apresentados são referentes ao alumínio, comprovando sua alta pureza, como pode ser observado na Tabela 3, da composição do pó fornecido pela ALCOA.

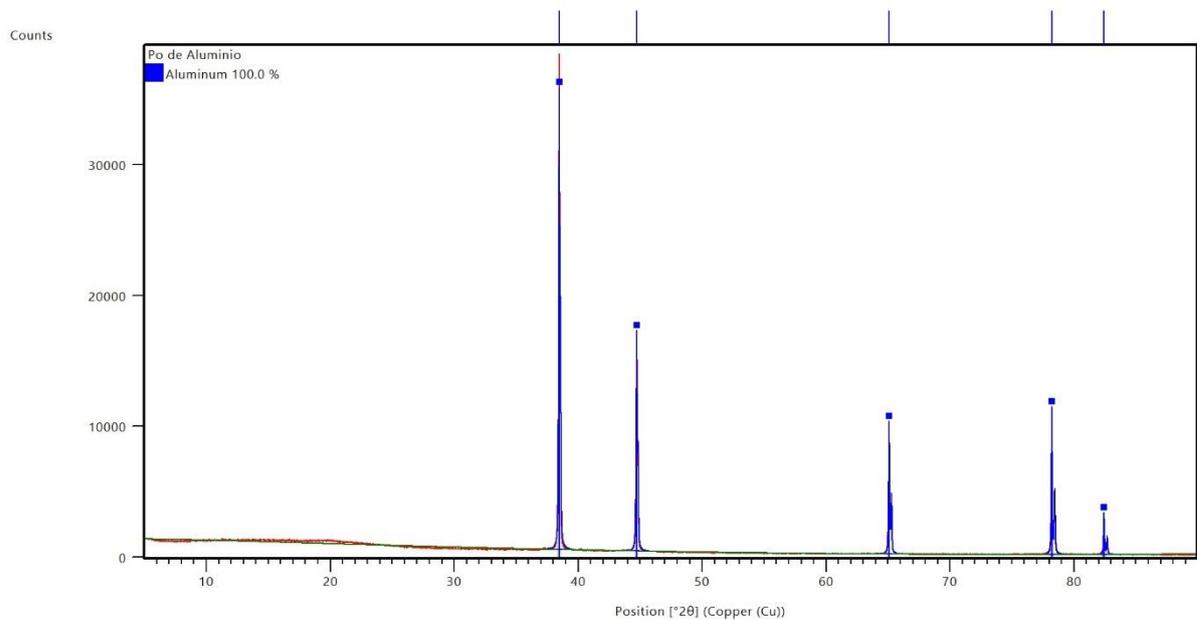


Figura 19 - Difratoograma do pó de alumínio.
 Fonte: Pesquisa direta (2021).

Já os finos de minério de manganês apresentaram picos relacionados a compostos que contém outros elementos, além do manganês, principalmente silício (devido à natureza sílico-carbonatada do rejeito), como pode ser observado nas Figuras 20 e 21 e nas Tabelas 5 e 6. A única diferença entre os difratogramas é a ausência da anidrita nos finos de minério de manganês menores que $38\mu\text{m}$.

Por se tratar de material advindo de resíduos, é esperado que em sua composição haja diversos minerais, com menor porcentagem em peso do elemento de interesse (no caso, o manganês), o que torna sua extração mais custosa e de menor interesse econômico. Ainda assim, é possível observar que a espessartita, da qual se extrai o manganês, é o mineral de maior porcentagem em peso nos resíduos analisados.

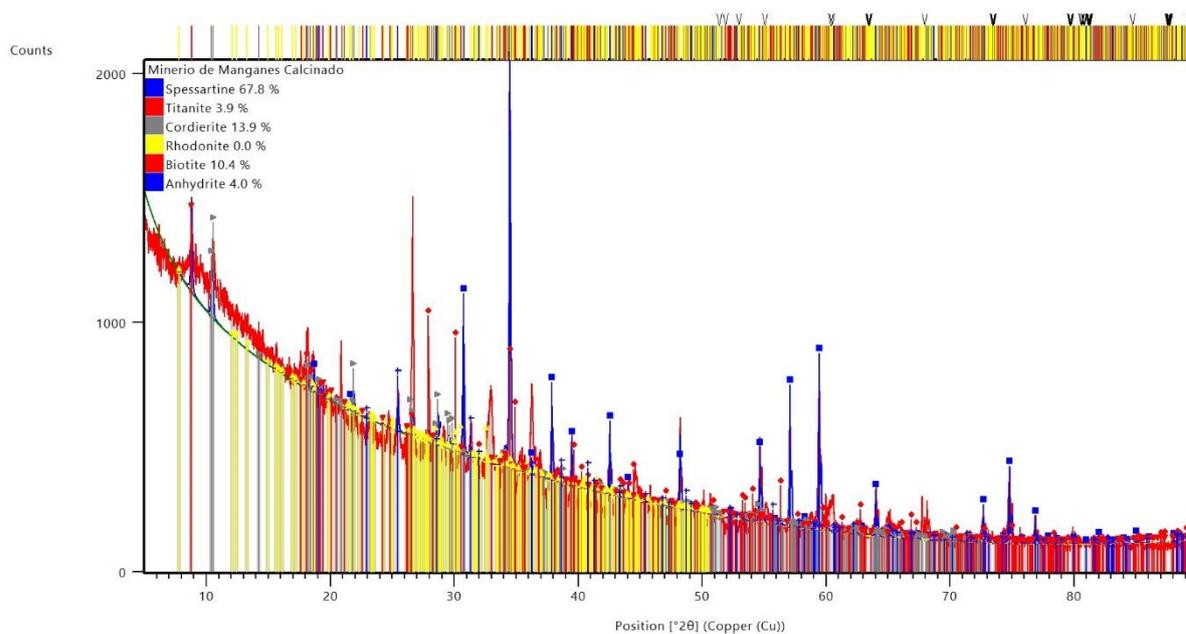


Figura 20 - Difratoograma dos finos de minério de manganês.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Tabela 5 - Compostos presentes nos finos de minério de manganês, segundo o difratograma da Figura 20.

Composto	Fórmula química	Porcentagem (%)
Espeartita	$Mn^{2+}_3Al_2(SiO_4)_3$	67,8
Titanita	$CaTiSiO_5$	3,9
Cordierita	$(Mg,Fe)_2Al_4Si_5O_{18}$	13,9
Rodonita	$(Mn^{2+},Fe^{2+},Mg,Ca)SiO_3$	0,0
Biotita	$K(Mg,Fe)_3(AlSi_3O_{10})(F,OH)_2$	10,4
Anidrita	$CaSO_4$	4,0

Fonte: Pesquisa direta (2021).

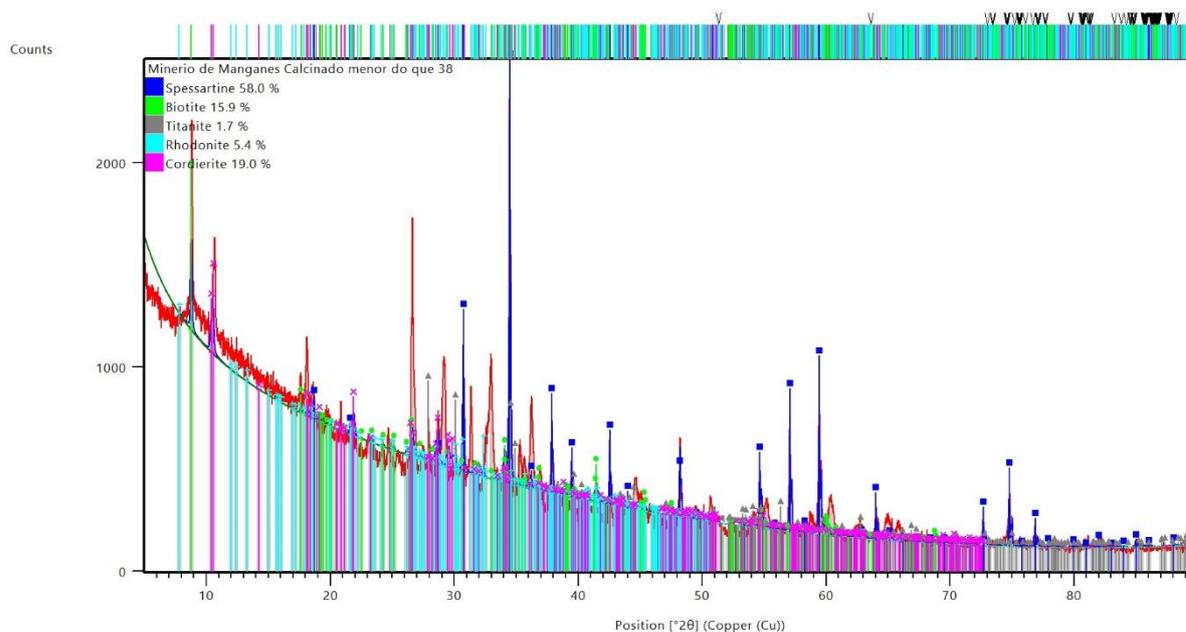


Figura 21 - Difratoograma dos finos de minério de manganês menores que 38 μ m.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Tabela 6 - Compostos presentes nos finos de minério de manganês menores que 38 μ m, segundo o difratograma da Figura 21.

Composto	Fórmula química	Porcentagem (%)
Spessartita	$Mn^{2+}_3Al_2(SiO_4)_3$	58,0
Titanita	$CaTiSiO_5$	1,7
Cordierita	$(Mg,Fe)_2Al_4Si_5O_{18}$	19,0
Rodonita	$(Mn^{2+},Fe^{2+},Mg,Ca)SiO_3$	5,4
Biotita	$K(Mg,Fe)_3(AlSi_3O_{10})(F,OH)_2$	15,9

Fonte: Pesquisa direta (2021).

4.3 Área superficial BET

A área superficial, obtida pelo método BET, de cada uma das seis condições de trabalho, pode ser vista na Tabela 7.

Como já citado anteriormente, o formato das partículas influencia na interação delas com a matriz e com as partículas circunvizinhas, influenciando diretamente nas propriedades mecânicas do compósito.

Tabela 7 - Área superficial.

Amostra	Área superficial (m ² /g)
5% - 550°C	3,12
5% - 600°C	3,13
10% - 550°C	2,58
10% - 600°C	2,55
15% - 550°C	2,87
15% - 600°C	2,57

Fonte: Pesquisa direta (2021).

4.4 Análise de massa

Foram observados ganhos de massa nas amostras após a sinterização, em todas as 6 condições de trabalho e nas amostras de alumínio puro. Não é possível notar um padrão bem definido de variação quanto à proporção de reforço nas amostras. Porém, é notável o maior ganho de massa nas amostras sinterizadas à 600°C. Os resultados obtidos podem ser vistos na Figura 22.

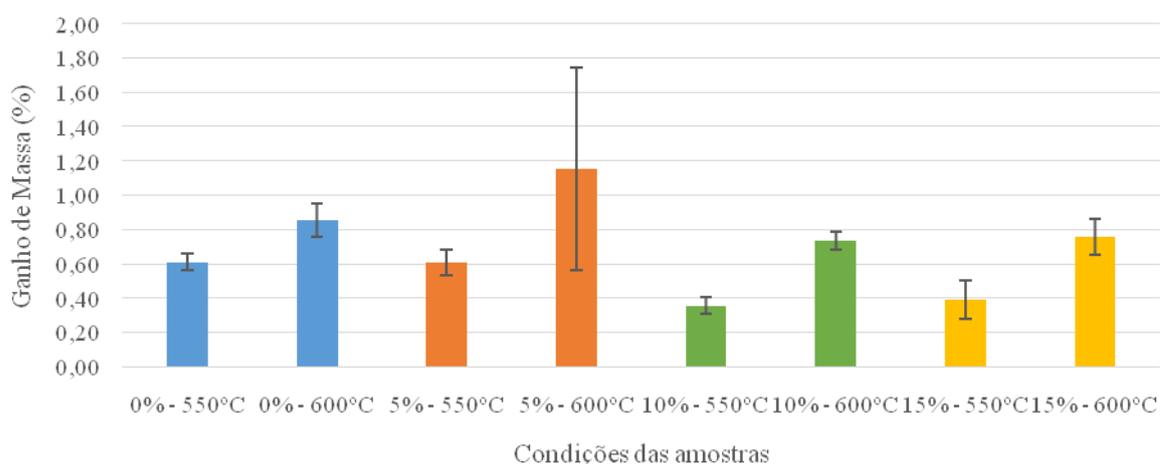


Figura 22 - Relação entre perda/ganho de massa para cada condição de trabalho.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Geralmente espera-se o resultado contrário após a sinterização, ou seja, uma redução nas dimensões do produto sinterizado e, em menor grau, na sua massa, resultando em sua

densificação. Porém, as condições de atmosfera interferem no processo, podendo desencadear diversas consequências indesejadas, como, por exemplo, a oxidação do alumínio.

No presente trabalho, houve ganho de massa devido a oxidação do alumínio porque não foram estabelecidas condições especiais para a atmosfera do forno, ao contrário das pesquisas de Ferreira (2017), Rahimian, Parvin e Ehsani (2010) e Akbari, Baharvandi e Mirzaee (2014), cujas amostras foram sinterizadas em atmosfera de argônio com o intuito de deixá-la inerte.

O menor ganho de massa foi observado para 10% de reforço com sinterização a 550°C. Enquanto o maior ganho de massa se deu para 5% de reforço com sinterização a 600°C, o que denota a maior tendência a ganho de massa em temperaturas mais elevadas.

4.5 Densidade geométrica

A densidade dos compósitos é afetada diretamente pela densidade dos materiais envolvidos, pela pressão de compactação, pela morfologia das partículas e pela porosidade após a sinterização.

Os resultados para o cálculo de densidade dos compósitos a verde e sinterizados podem ser vistos na Tabela 8 e na Figura 23. Observa-se que ocorreu uma redução dos valores de densidade, de acordo com o aumento do volume dos compósitos sinterizados, o que indica que as amostras apresentaram um aumento de tamanho após a sinterização.

Ferreira (2017) também notou essa tendência de densidade superior à densidade das amostras de alumínio puro, em todas as proporções de mistura.

Dada a grande diferença de dimensão entre as partículas de alumínio e de reforço, pode-se concluir que o aumento dos valores de densidade dos compósitos com maior presença dos finos se deu devido à boa incorporação da mistura.

Tabela 8 - Densidade geométrica dos compósitos (g/cm³).

Proporção	Amostras verdes	Temperatura de sinterização	
		550°	600°
0%	2,16 ± 0,14	2,14 ± 0,14	2,09 ± 0,11
5%	2,21 ± 0,06	2,16 ± 0,06	2,18 ± 0,05
10%	2,36 ± 0,11	2,34 ± 0,04	2,31 ± 0,17
15%	2,32 ± 0,08	2,31 ± 0,09	2,22 ± 0,04

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Nota-se que as amostras de alumínio puro apresentaram os menores valores de densidade. As amostras contendo 10% de finos de minério de manganês, tanto a verde quanto em ambas as temperaturas de sinterização, apresentaram os maiores valores de densidade geométrica, seguidas pelas amostras contendo 15%. É possível observar também que os valores de densidade de todas as amostras reduziram após a sinterização, em ambas as temperaturas.

É possível notar uma maior diminuição dos valores de densidade para as amostras sinterizadas a 600°C, exceto para as amostras contendo 5% de finos. Para a condição de trabalho com 15% de rejeito de minério de manganês e sinterização a 600°C, observou-se a maior diminuição dos valores de densidade, o que pode ser explicado pela maior quantidade de poros, e pior adesão na matriz (partículas de rejeito de minério de manganês rodeadas por vazios).

A diferença de massa entre as amostras verdes e sinterizadas ocorre pois é possível que haja perda de material durante o processo e a evaporação de elementos presentes nos resíduos de minério de manganês. No caso, como a redução dos valores de densidade das amostras sinterizadas foi acompanhado por ganho de massa, pode se concluir que a densificação das amostras foi acompanhada pelo surgimento de poros (pela evaporação de elementos contidos nos finos), o que contribui para uma sensível expansão do compósito, e pela oxidação da amostra durante a sinterização.

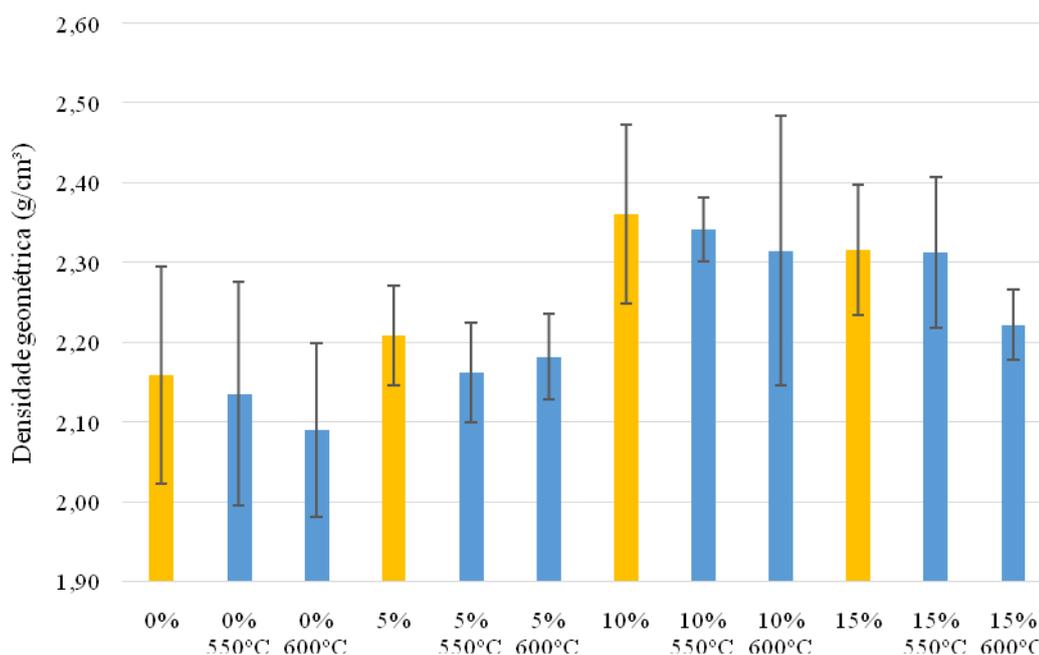


Figura 23 - Relação entre densidade geométrica a verde (em amarelo) e após a sinterização das amostras (em azul).

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pela Figura 23 é possível notar como as diferentes condições de trabalho influenciaram nos valores de densidade de forma díspar entre as amostras, tendo, em todas elas, reduzido os valores de densidade, conforme foi aumentada a temperatura de sinterização. A redução dos valores de densidade ocorreu de forma quase linear para as amostras de alumínio puro, e de forma mais abrupta nos compósitos com 15% de finos, sinterizados a 600°C. Somente para as amostras contendo 5% de finos que a sinterização a 550°C resultou em amostras menos densas que as sinterizadas a 600°C.

4.6 Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia de Energia Dispersiva

Nas Figuras de 24 a 29 podem ser observadas as imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura para todas as condições de trabalho estudadas. É possível observar uma boa densificação da fase matriz em todos os aumentos, além de uma homogeneidade satisfatória na distribuição de partículas de reforço. Também é possível analisar os contornos do reforço, nos aumentos de 700x e de 1000x e, pela coloração mais escura nestas regiões, percebe-se que elas apresentam maior porosidade. Nota-se que o alumínio formou uma matriz contínua, permeada pelas partículas de reforço, dispersas homogeneamente.

Apesar da dispersão homogênea e da densificação satisfatória da matriz, ainda é possível notar porosidade, visível pelos pontos escuros, distribuída por toda a amostra. A baixa tendência à aglomeração das partículas de reforço, entretanto, contribui para uma menor porosidade, permitindo que a matriz de alumínio circunde as partículas maiores de reforço.

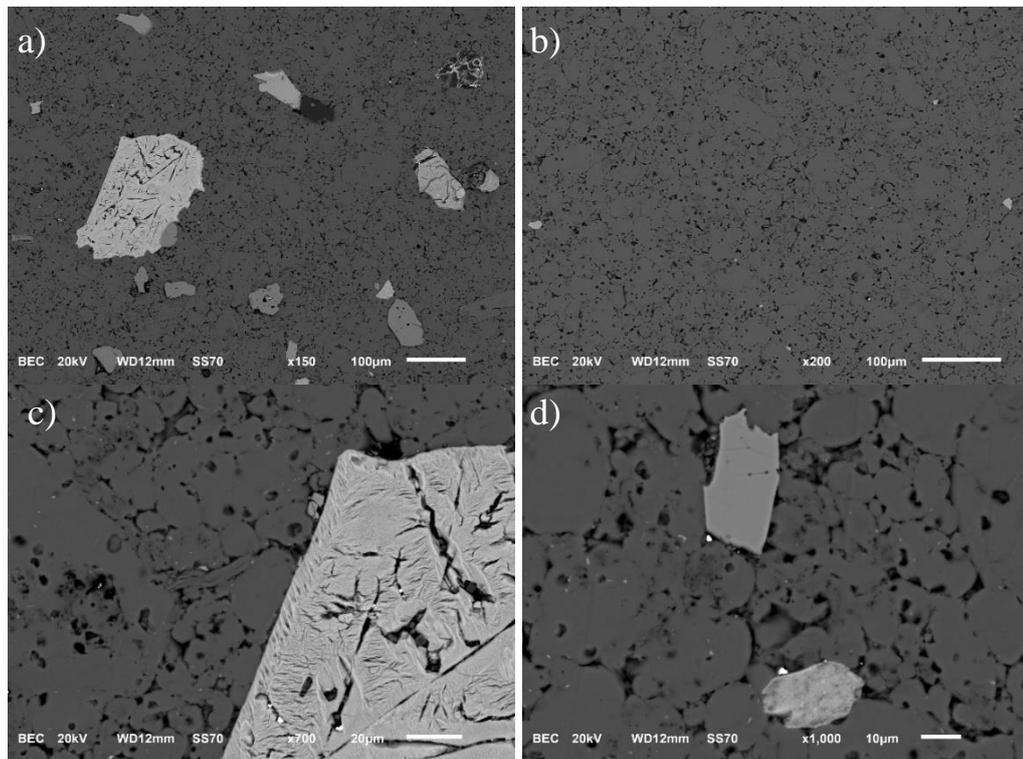


Figura 24 - Compósito Al-5% de resíduos de minério de manganês, sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

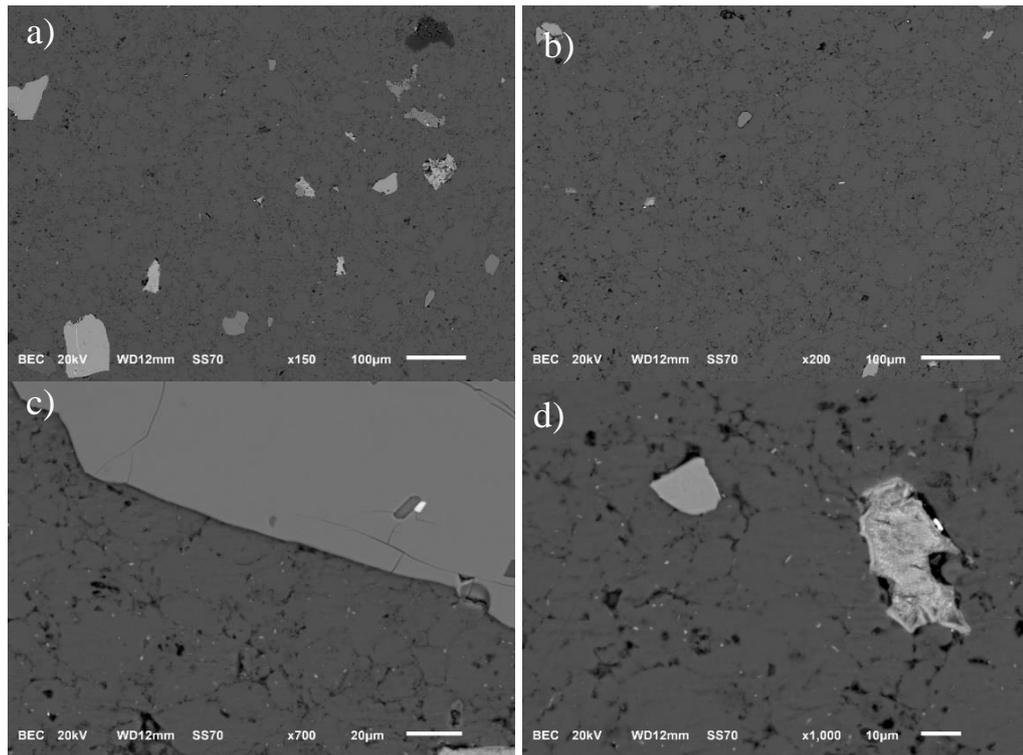


Figura 25 - Compósito Al-5% de resíduos de minério de manganês, sinterizado a 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Observando as regiões das Figuras 24 e 25, pode-se notar uma maior quantidade de pontos escuros permeando a amostra contendo 5% de resíduos de minério de manganês sinterizada a 550°C, indicando um valor de porosidade sensivelmente maior do que a mesma proporção sinterizada a 600°C.

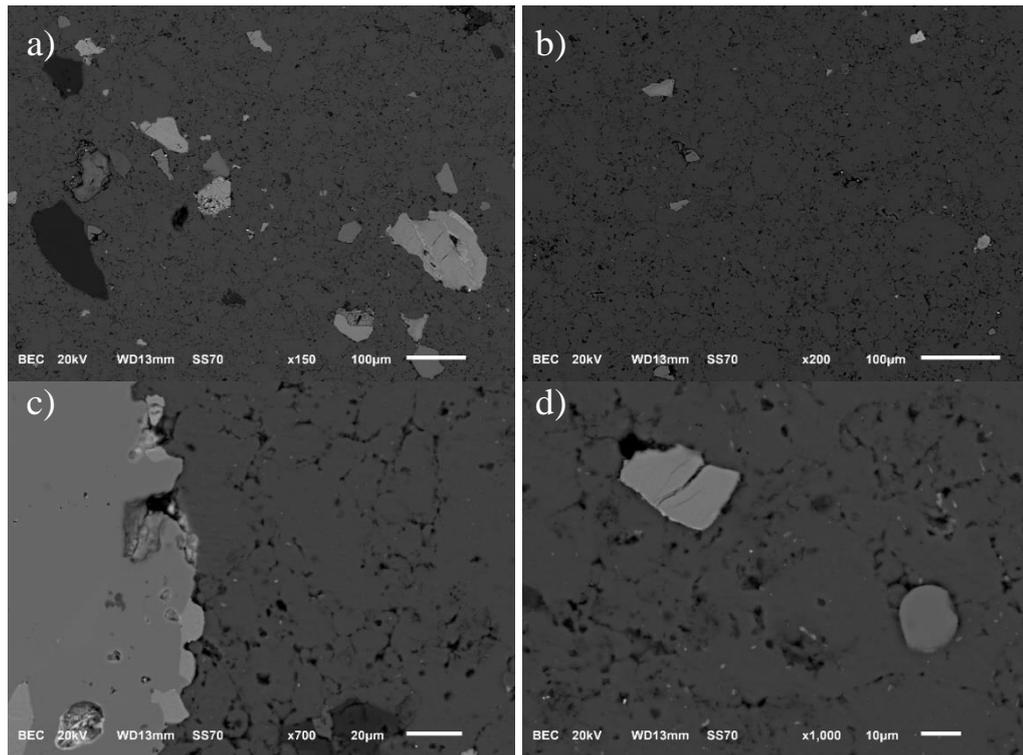


Figura 26 - Compósito Al-10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

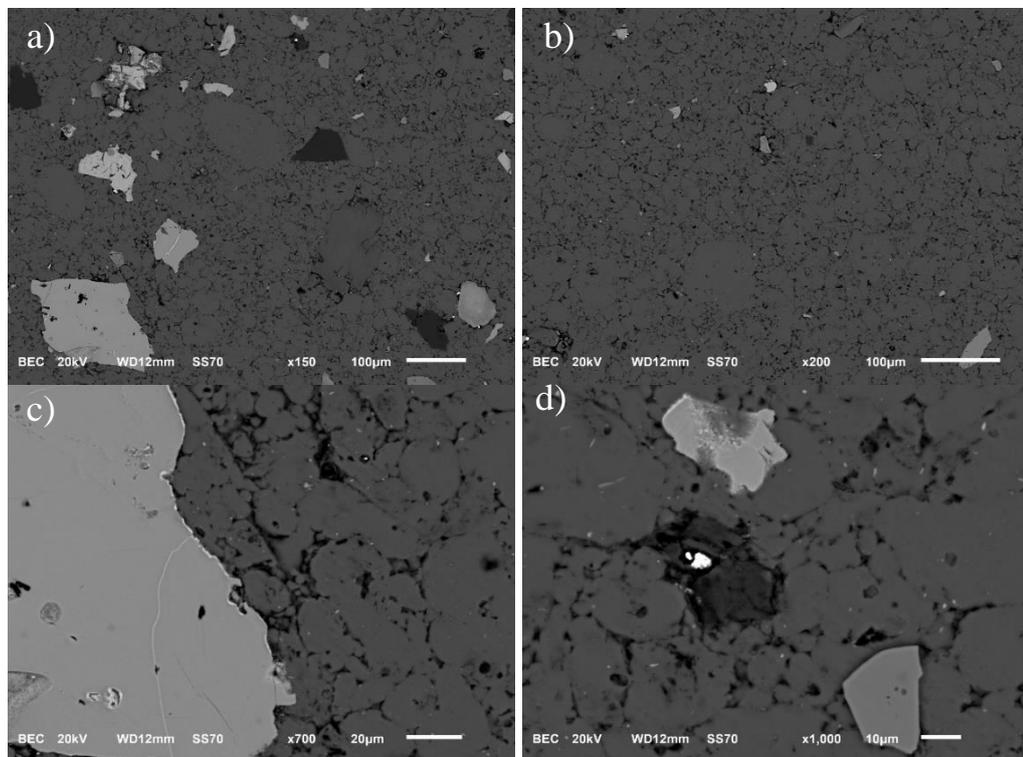


Figura 27 - Compósito Al-10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

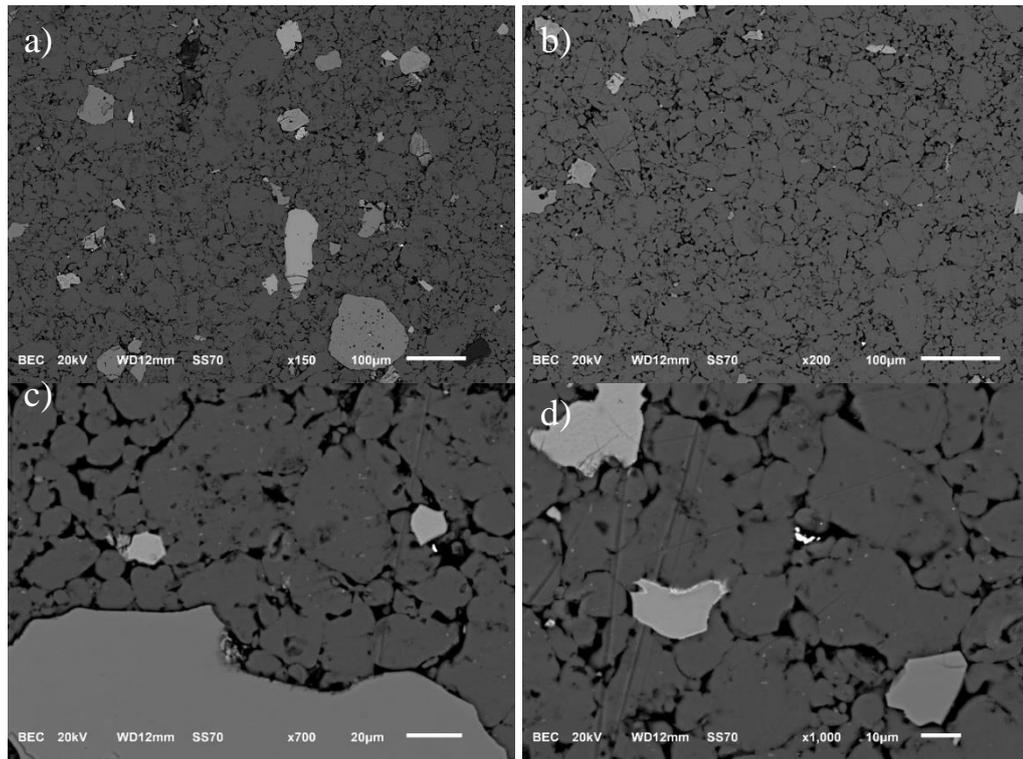


Figura 28 - Compósito Al-15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

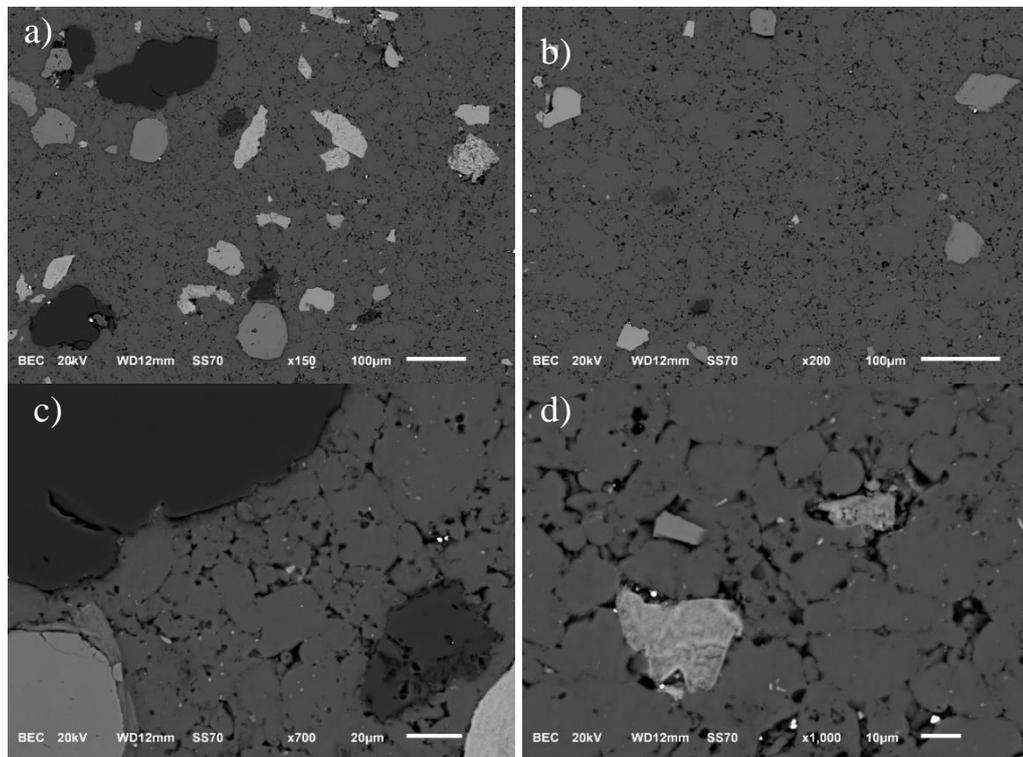


Figura 29 - Compósito Al-15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Já no caso das amostras contendo 10% de resíduos, Figuras 26 e 27, pode-se notar que a amostra sinterizada a 600°C apresentou maior densidade de pontos escuros. Nas figuras 28 e 29 podem ser observadas as amostras contendo 15% de resíduos, apresentando matrizes bem semelhantes e nenhuma tendência à aglomeração do reforço.

Analisando as Figuras 24 a 29, obtidas por MEV, é possível notar a quantidade crescente de partículas de reforço nas amostras. Outro detalhe interessante que pode ser observado foi a geometria, orientação e tamanho das partículas, todos muito diversos. Puderam ser observadas partículas mais arredondadas, outras alongadas e algumas bastante angulosas, e que a matriz de alumínio circundou todas estas, indicando uma boa incorporação de ambos os materiais.

As partículas de reforço são nitidamente diferentes entre si, tanto em composição quanto em formato, e as Figuras 30 a 36 representam as imagens e os pontos que foram analisados por MEV/EDS. Nesse tipo de análise a presença de elementos mais leves, como o oxigênio, são indicados em proporções muito menos precisas que os demais elementos químicos.

Pode ser notado que Mg, Si, Ca e Fe foram encontrados em todas as amostras, pois são elementos presentes no minério de manganês sílico-carbonatado utilizado neste trabalho. Além disso, o Mg possui uma grande afinidade com o Mn, por conta de seus números atômicos próximos, sendo facilmente encontrados juntos na natureza.

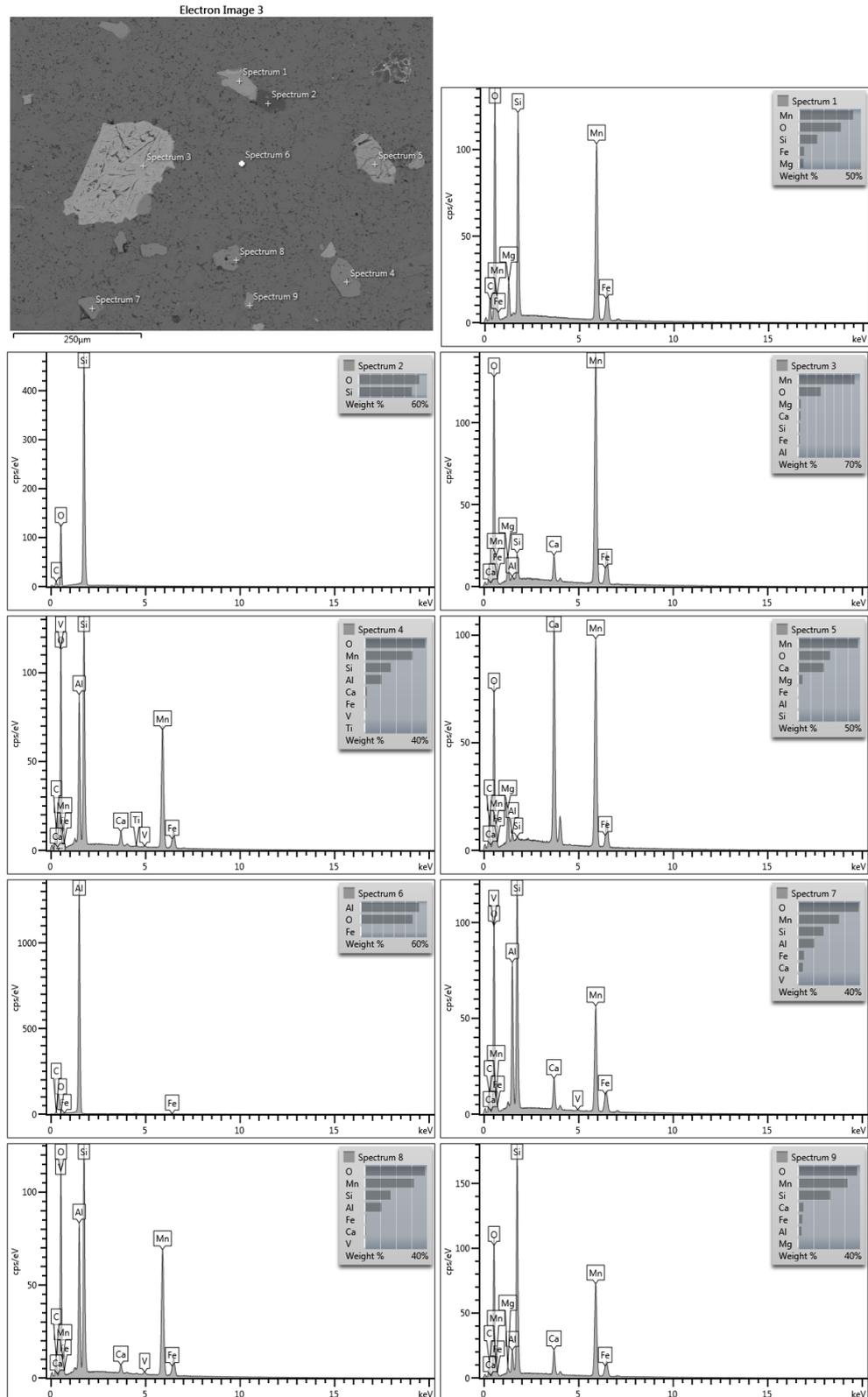


Figura 30 - Compósito com 5% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Na microrregião da Figura 30, os elementos de maior destaque foram o alumínio, o manganês e o silício. Foi notado um pico de cálcio no ponto 5 (Spectrum 5).

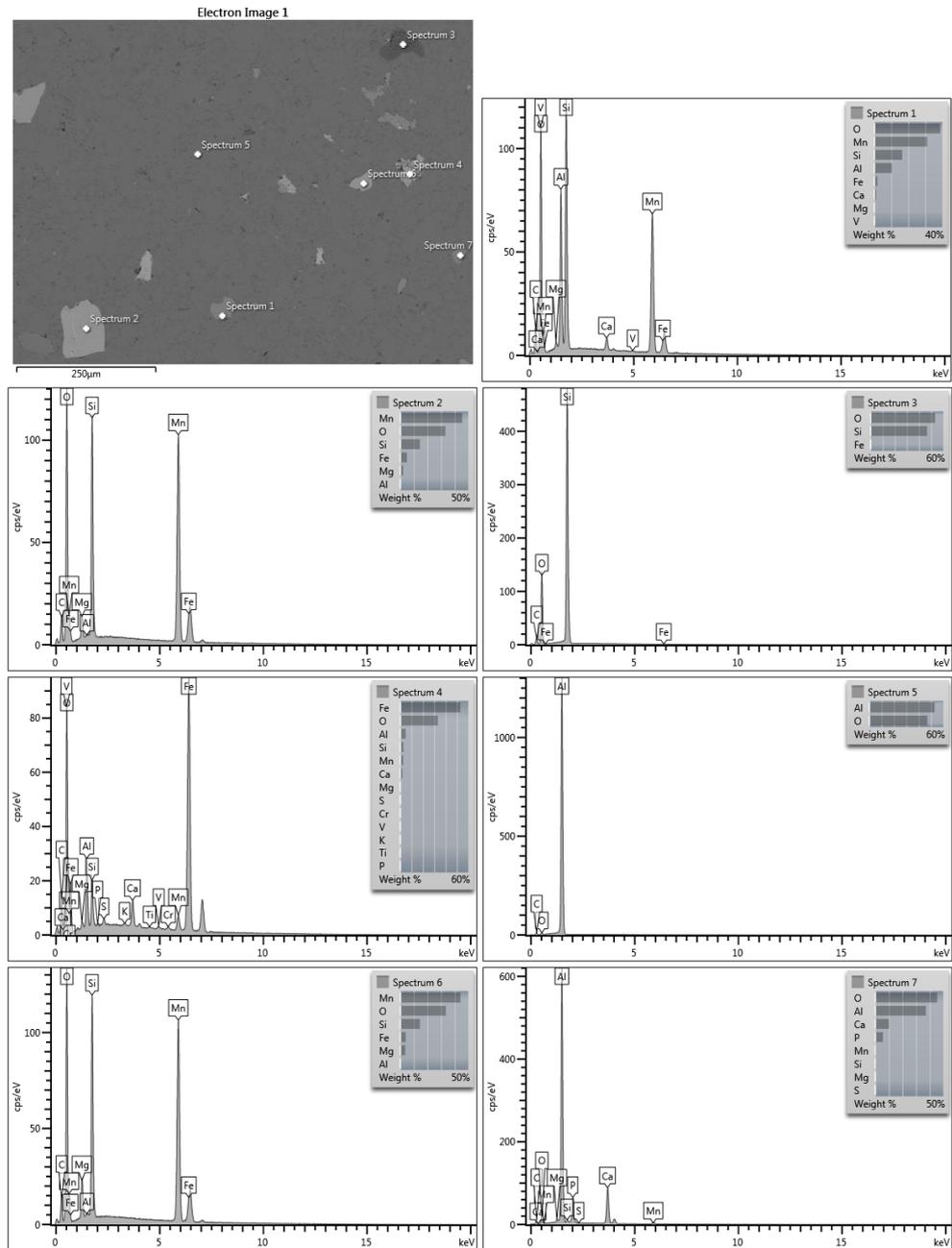


Figura 31 - Compósito com 5% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

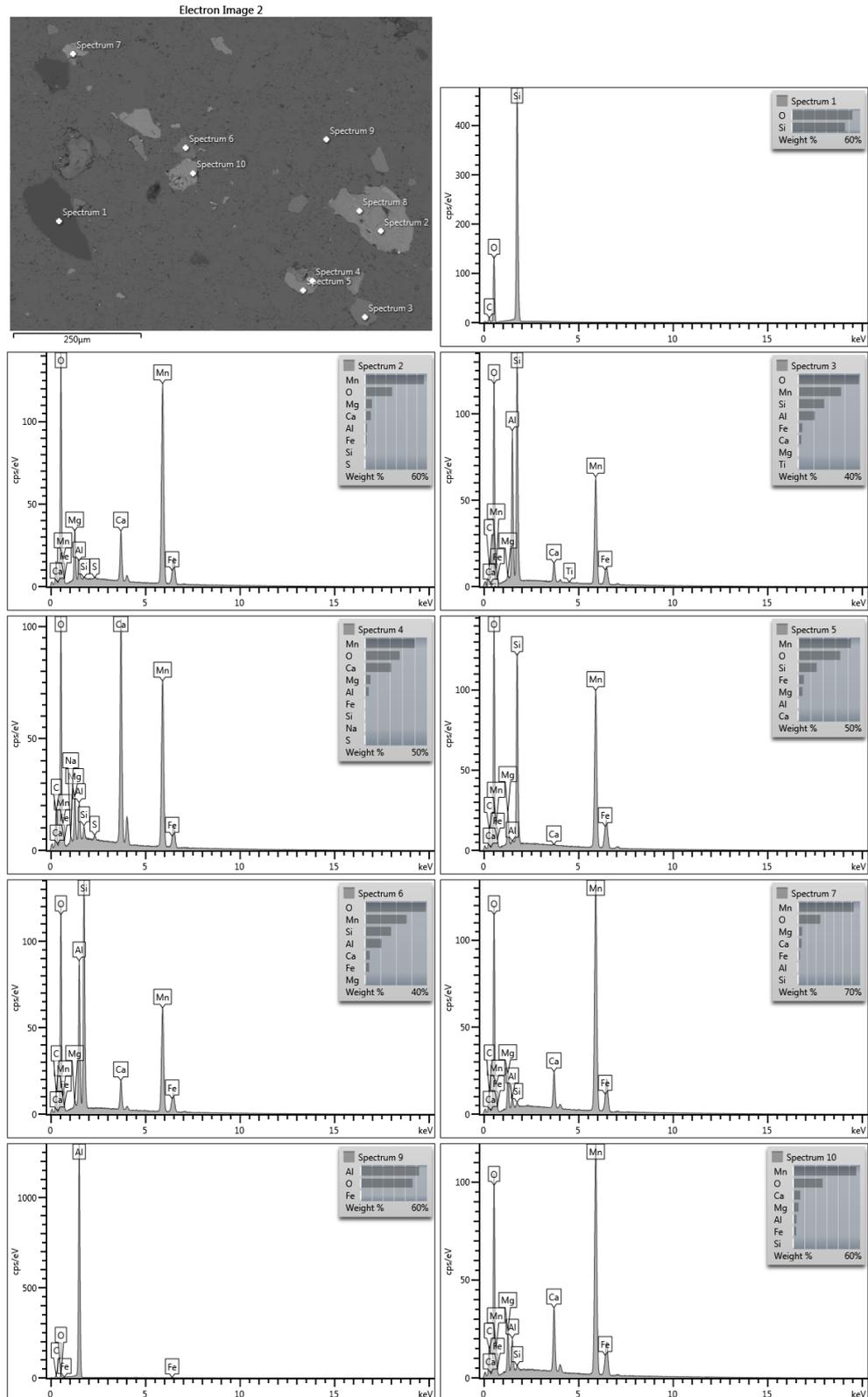


Figura 32 - Compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

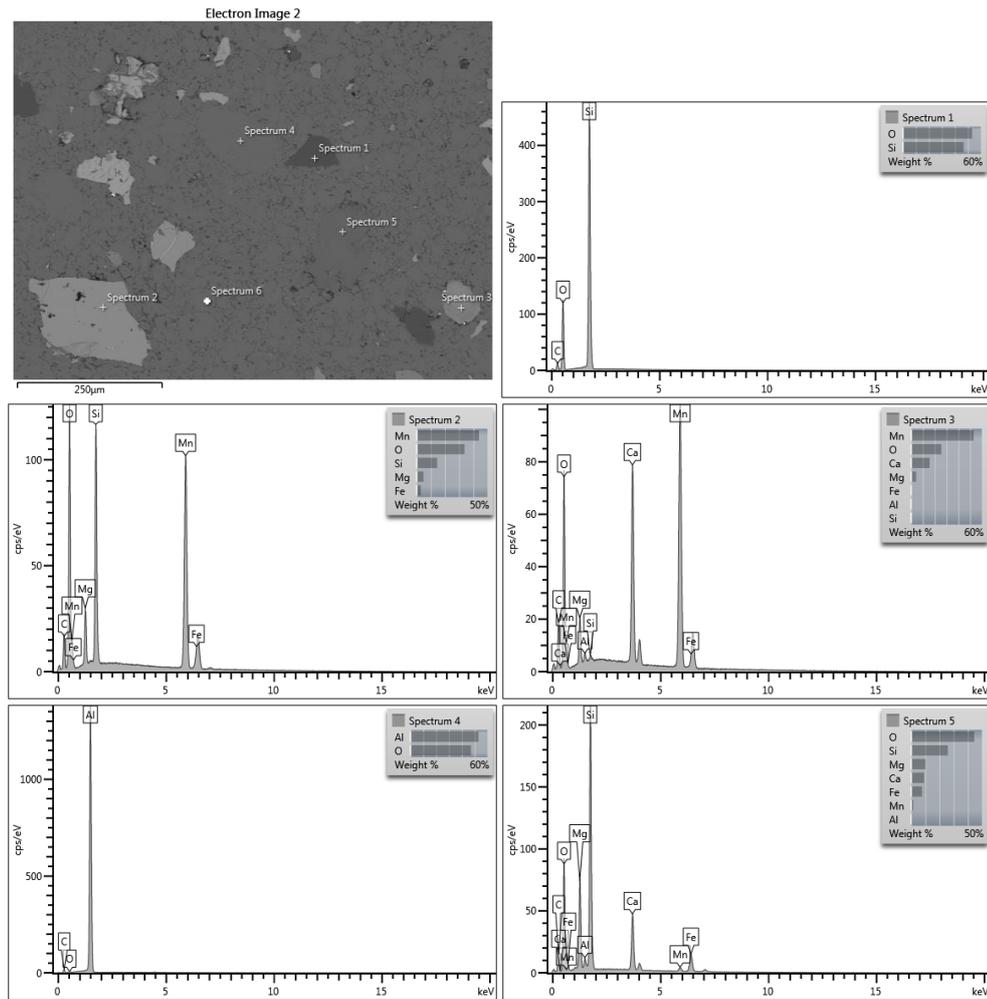


Figura 33 - Compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Observa-se na Figura 34 a análise de uma das partículas mais claras que apareceram em quase todas as imagens obtidas por MEV/EDS e, pelos resultados indicados no espectrograma, conclui-se que, muito provavelmente, é uma partícula de dióxido de zircônio, ZrO_2 .

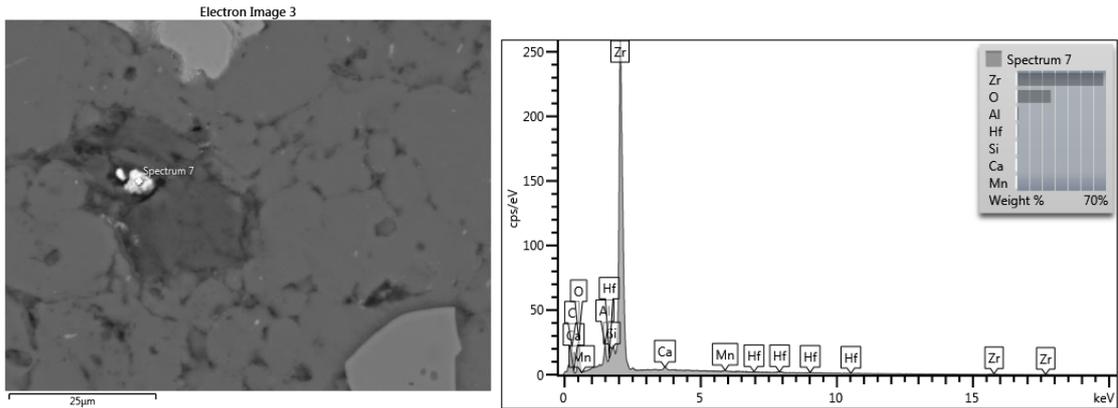


Figura 34 – Micropartícula no compósito com 10% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

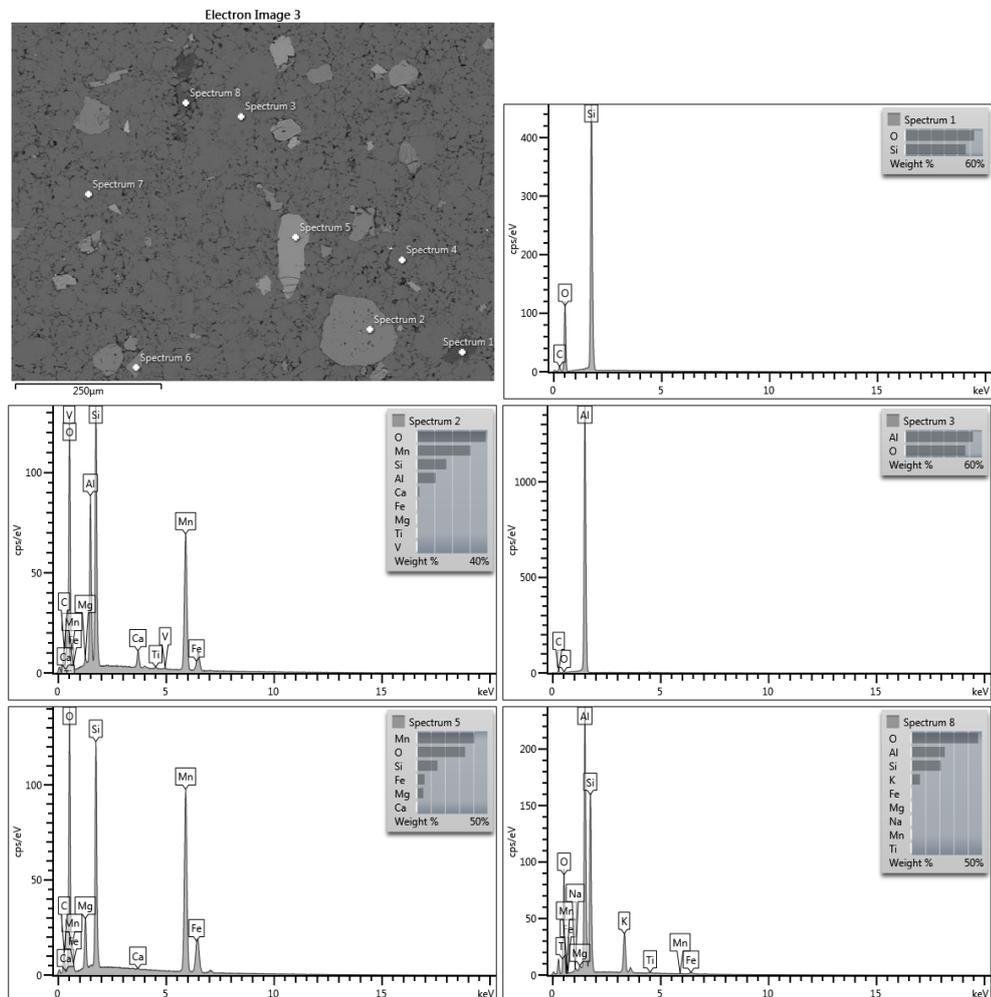


Figura 35 - Compósito com 15% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 550°C e análise da microrregião por EDS.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

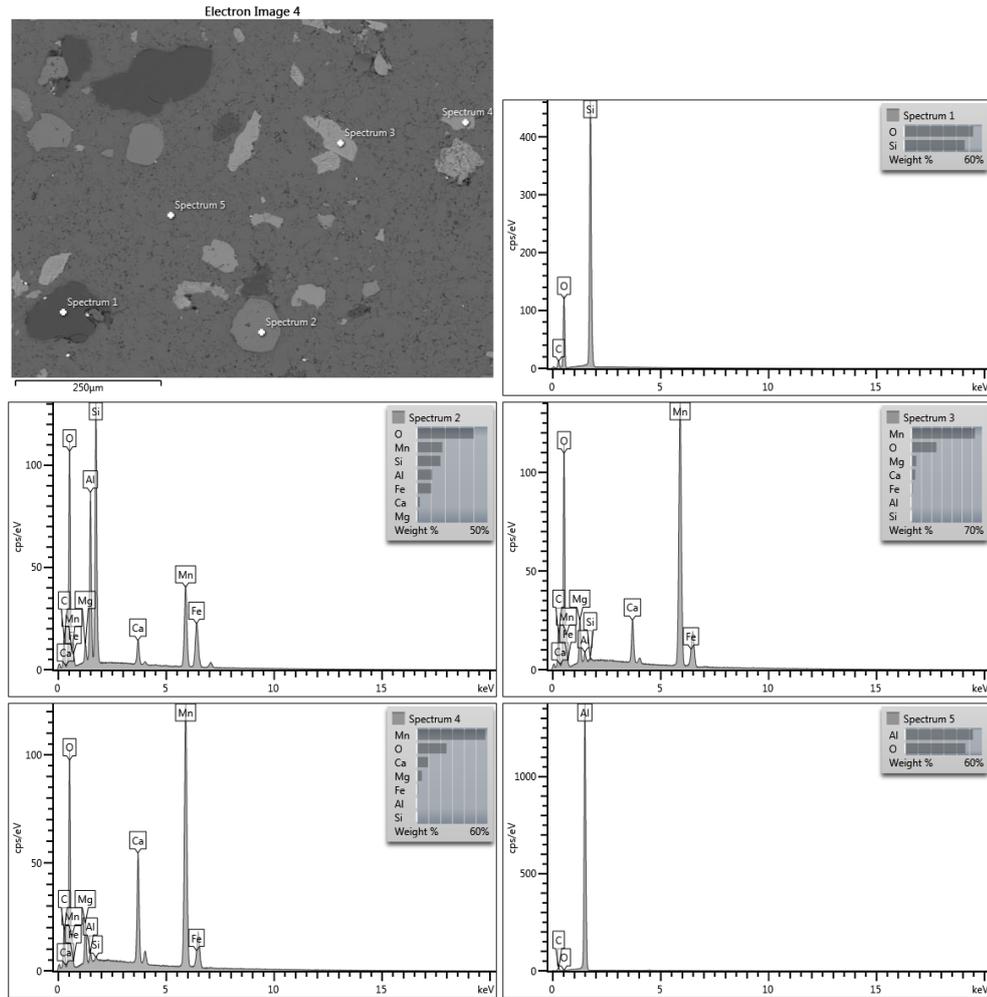


Figura 36 - Compósito com 15% de rejeito de minério de manganês sinterizado a 600°C e análise da microrregião por EDS.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Observou-se, no geral, fases muito ricas em alumínio devido à matriz do compósito. Já para o reforço, pode-se notar principalmente o manganês, o silício e, em menor grau, o cálcio, devido à composição mineralógica do reforço utilizado.

As fases também puderam ser confirmadas por mapeamento de regiões por elementos específicos, reforçando os resultados das outras análises realizadas. As imagens das regiões, além de seus respectivos espectros podem ser observadas nas Figuras 37 a 42.

Para facilitar a análise e a comparação das imagens foram estabelecidas cores que podem ser facilmente distinguidas para cada elemento. A saber: azul ciano para o alumínio; roxo para o manganês; fúcsia para a prata; verde para o potássio; verde-folha para o silício, e laranja para o céσιο. O céσιο, por não ter sido identificado em nenhuma outra análise até aqui, foi considerado como um ruído durante o ensaio.

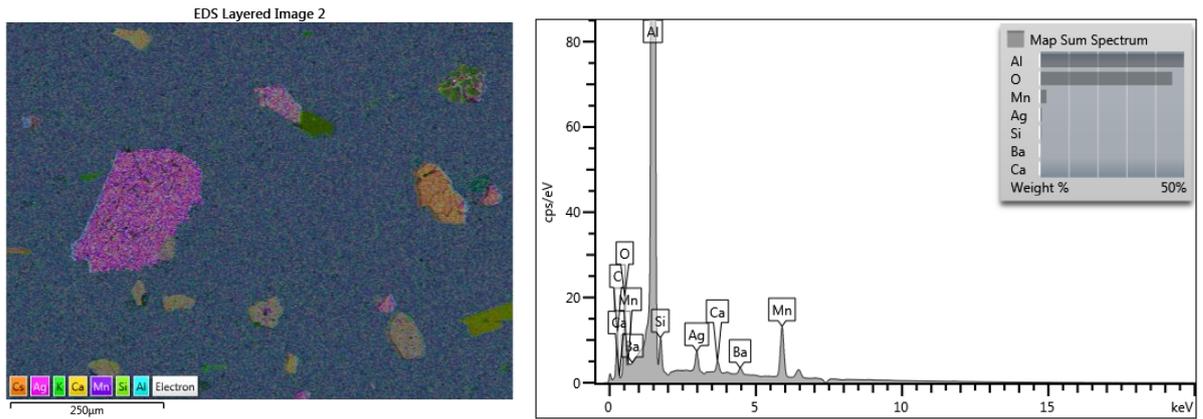


Figura 37 - Mapa e análise química EDS do compósito com 5% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

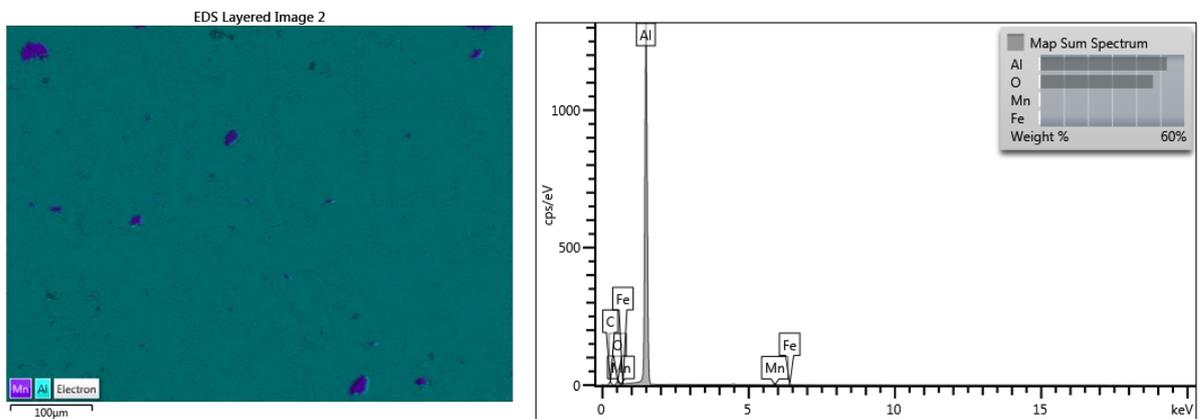


Figura 38 - Mapa e análise química EDS do compósito com 5% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

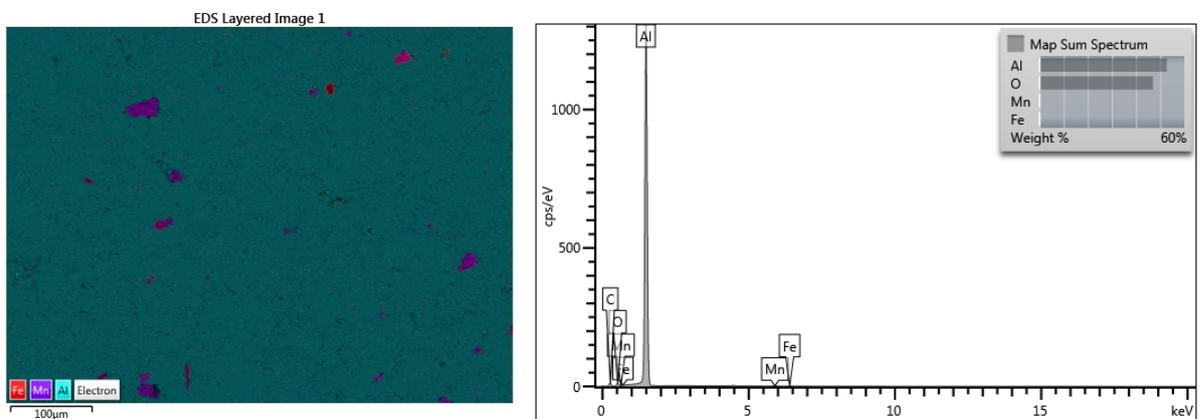


Figura 39 - Mapa e análise química EDS do compósito com 10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

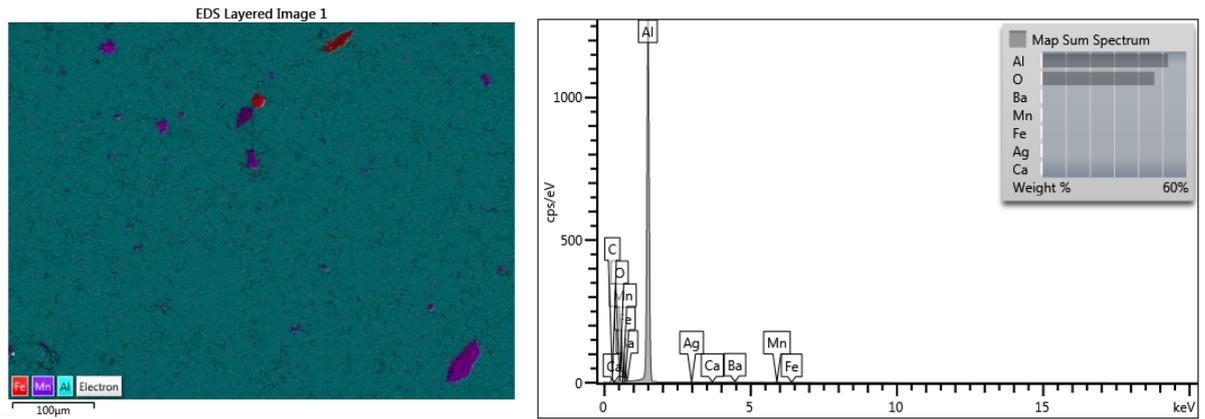


Figura 40 - Mapa e análise química EDS do compósito com 10% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

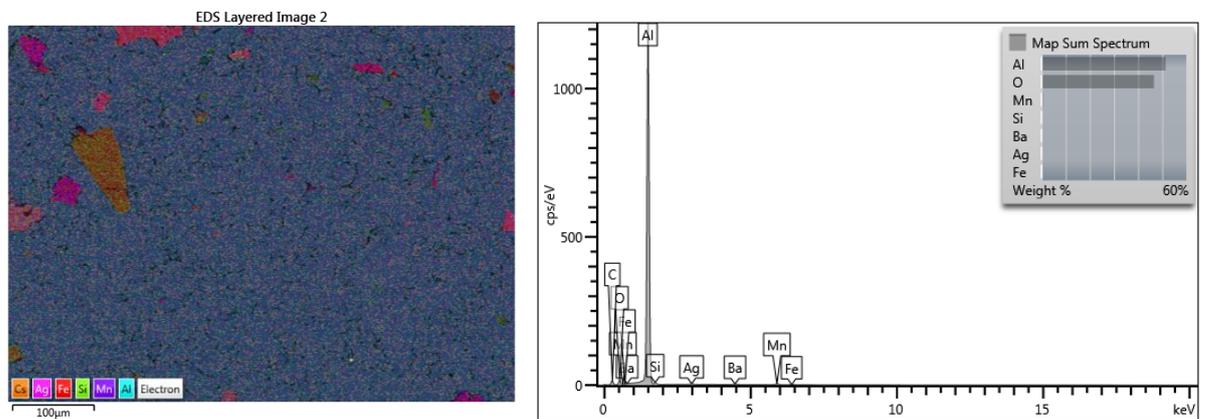


Figura 41 - Mapa e análise química EDS do compósito com 15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 550°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

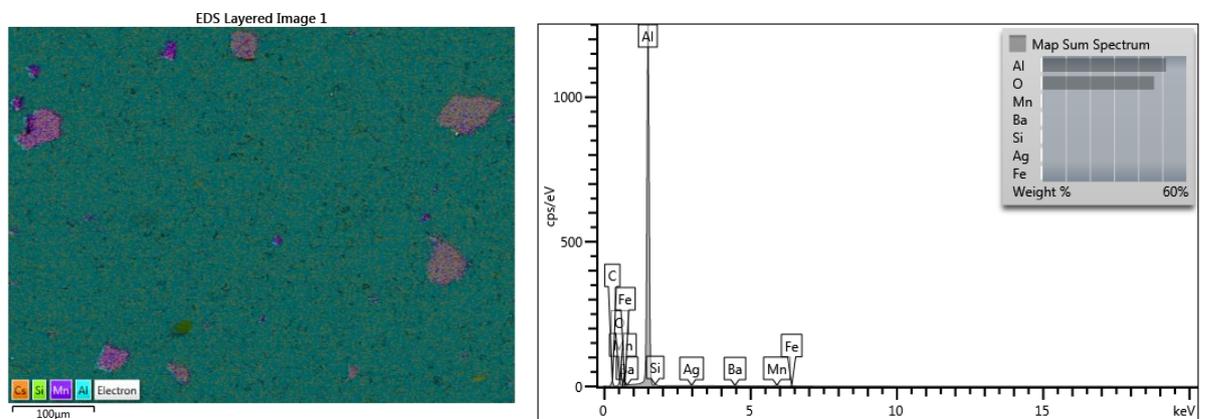


Figura 42 - Mapa e análise química EDS do compósito com 15% de rejeito de minério de manganês, sinterizado a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

4.7 Análise de imagem para determinação da porcentagem de porosidade

Podem ser observadas as imagens das seções transversal e longitudinal para cada condição de trabalho nas Figuras 43 a 48. Como era de se esperar, o aumento da porcentagem de finos de minérios de manganês é facilmente notado pelo aumento das regiões mais escuras na ordem em que as figuras são exibidas. Também pode ser percebido que as imagens do embutimento transversal apresentaram maior porosidade.

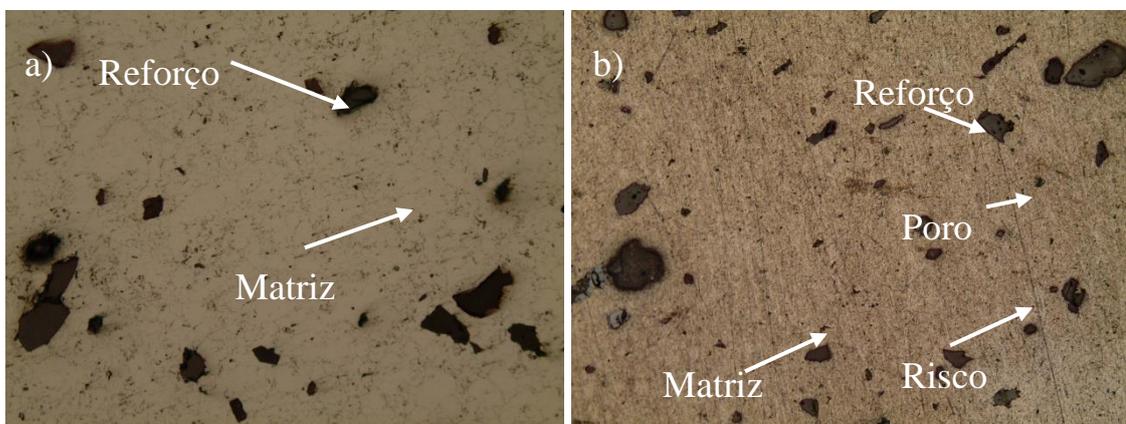


Figura 43 – Amostras com 5% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

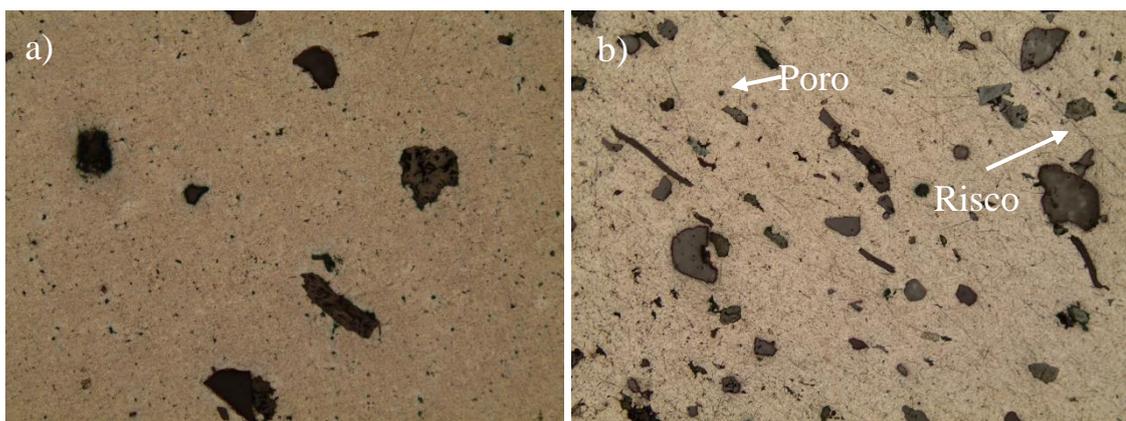


Figura 44 - Amostras com 5% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pela análise das imagens é possível notar os diferentes tamanhos de partículas, corroborando com os resultados apresentados no item 4.1. Uma grande variedade de formatos também pode ser percebida, como partículas alongadas e partículas arredondadas, que podem ser observadas na Figura 44 (b).

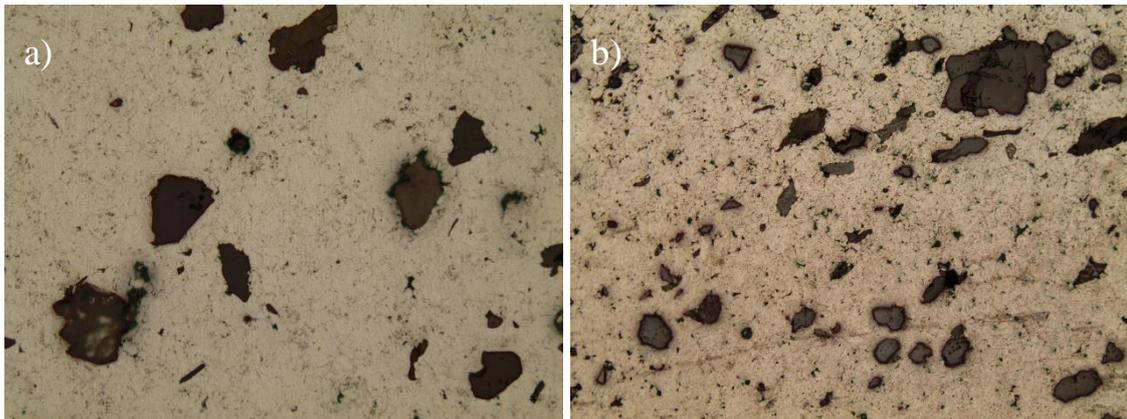


Figura 45 - Amostras com 10% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

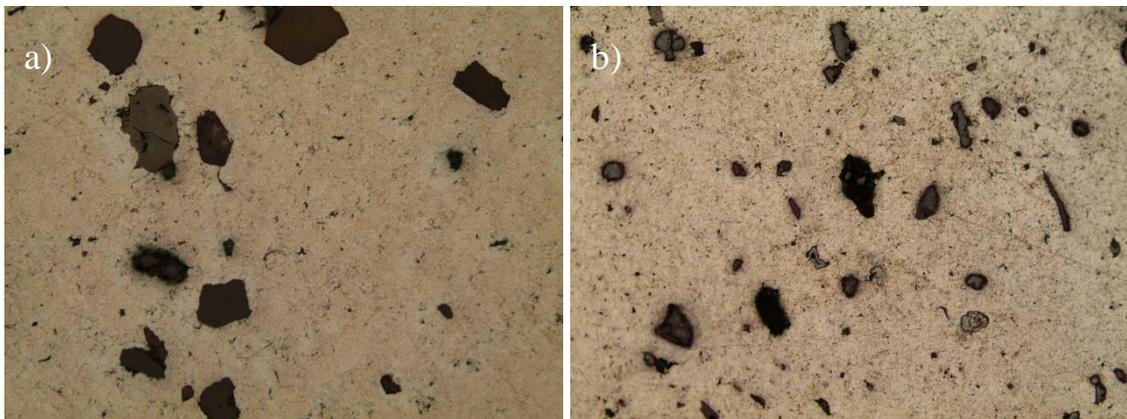


Figura 46 - Amostras com 10% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

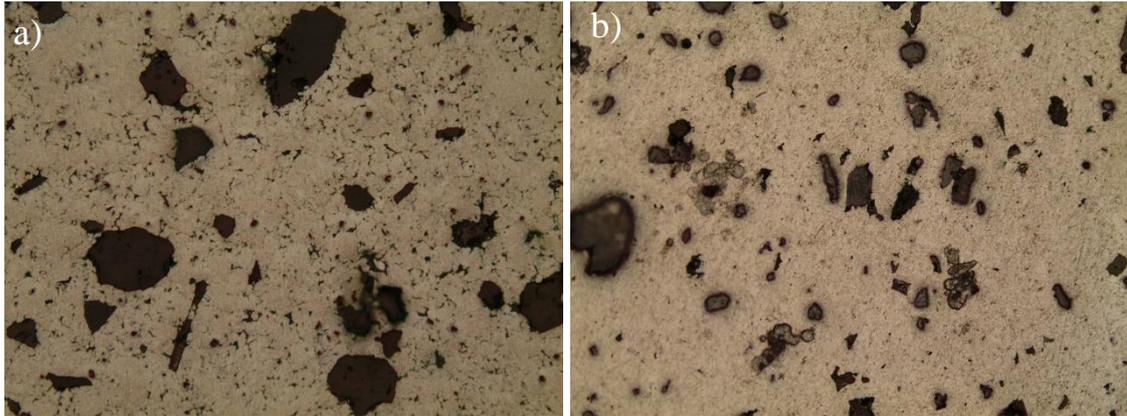


Figura 47 - Amostras com 15% de finos sinterizadas a 550°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x. Fonte: Pesquisa direta (2021).

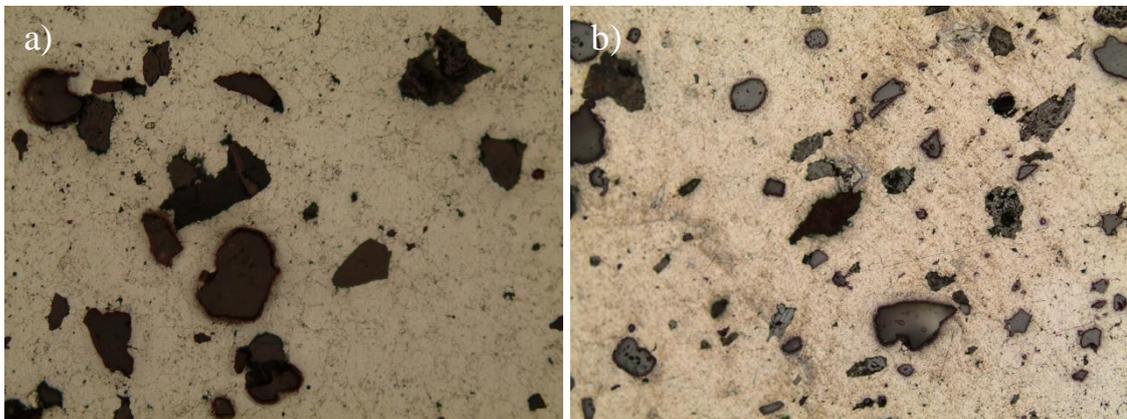


Figura 48 - Amostras com 15% de finos sinterizadas a 600°C: a) longitudinal e b) transversal. Aumento de a) 200x e b) 100x. Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pela análise das Figuras 43 a 48 é possível concluir que o reforço não apresentou tendência à aglomeração, até mesmo nas amostras com maior porcentagem em peso de reforço. Contrariamente, trabalhando com reforço de alumina em matriz também de alumínio, Rahimian, Parvin e Ehsani (2010) observaram a tendência de formação de aglomerados em suas amostras com 20% em peso de reforço.

A menor porosidade na secção longitudinal foi observada nas amostras reforçadas com 5% de finos de minério de manganês sinterizadas a 600°C, que também apresentaram a maior porosidade na secção transversal média dentre todas as amostras sendo, inclusive, bem maior que sua porosidade longitudinal, como pode ser observado nas Figuras 49 e 50. As amostras com 15% de finos sinterizadas a 600°C apresentaram a maior porosidade na secção longitudinal. Esse fenômeno é semelhante ao observado por Ferreira (2017) e Akbari,

Baharvandi e Mirzaee (2014), em que a maior porosidade acompanhava as amostras com maior volume de reforço.

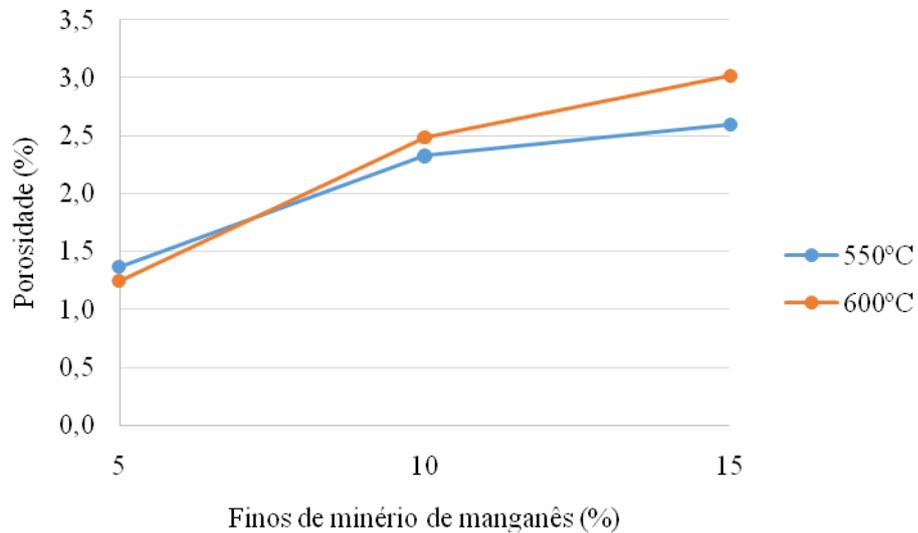


Figura 49 - Porcentagem de porosidade longitudinal
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Reforçando as análises das imagens obtidas por meio de MEV, pode ser observado que as amostras contendo 5% em peso de reforço sinterizadas a 550°C foram mais porosas que as sinterizadas a 600°C, situação que se inverteu para as outras proporções.

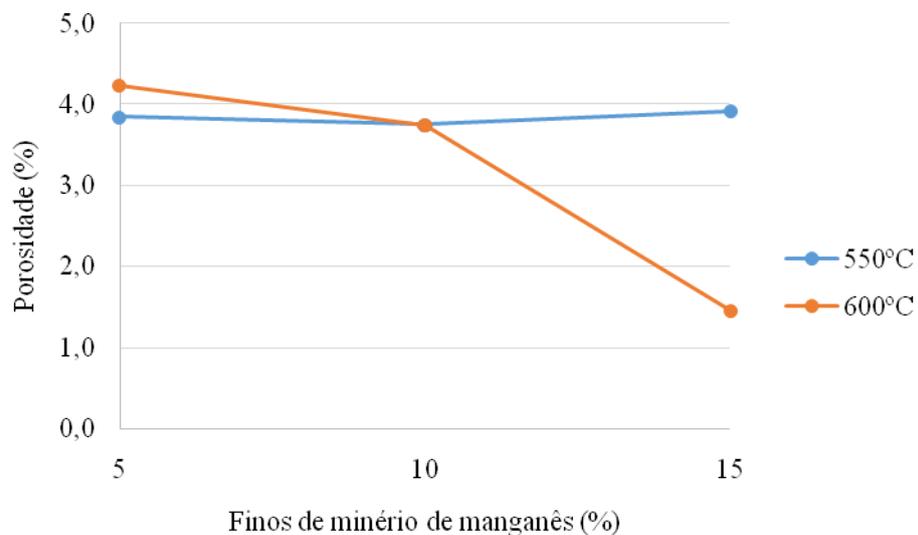


Figura 50 - Porcentagem de porosidade transversal.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

A queda brusca na porosidade da secção transversal da amostra contendo 15% de finos sinterizada a 600°C pode significar uma melhor homogeneidade na secção analisada, quando comparada às outras amostras.

4.8 Ensaios de compressão

As curvas obtidas nos ensaios de compressão dos compósitos, para cada condição de trabalho, podem ser vistas nas Figuras 51 e 52. Nota-se pela forma das curvas que o comportamento das amostras foi tipicamente dúctil, o que é evidenciado pela alta deformação que os corpos de prova sofreram. Tal fato é devido à predominância do alumínio na amostra. As curvas foram traçadas até 50% de deformação do corpo de prova, uma vez que, a partir desse ponto, o comportamento do gráfico não se altera e a região elástica fica camuflada.

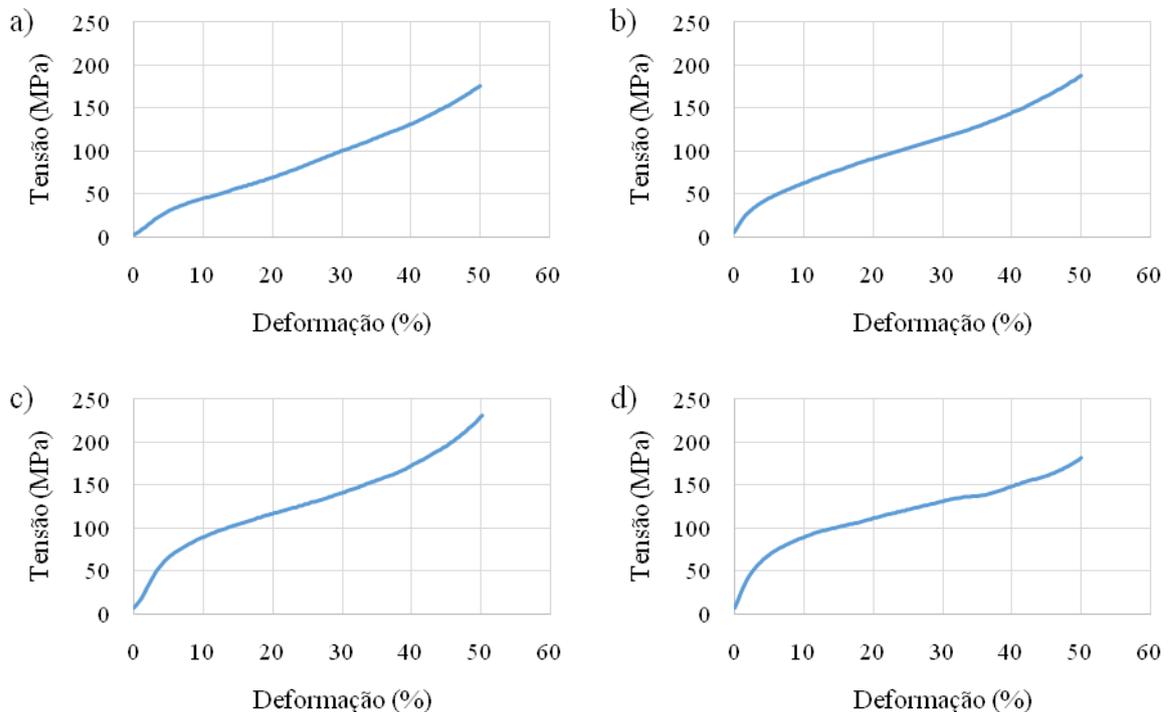


Figura 51 - Aspecto das curvas tensão x deformação dos compósitos sinterizados a 550°C: a) Al puro, b) Al-5% de finos, c) Al-10% de finos e d) Al-15% de finos.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pode-se notar que as amostras contendo 5 e 15% de finos de minério de manganês apresentaram um sensível ganho de resistência mecânica quando comparadas ao alumínio

puro. As amostras contendo 10% de finos apresentaram uma maior inclinação próximo a 40% de deformação, sugerindo um maior ganho de resistência mecânica. É notável também que o ponto de transição da deformação elástica para a plástica é menos pronunciado na amostra de alumínio puro e na amostra contendo 5% de finos. O limite de escoamento das amostras contendo 10 e 15% de finos de minério de manganês é nitidamente mais alto que das outras amostras.

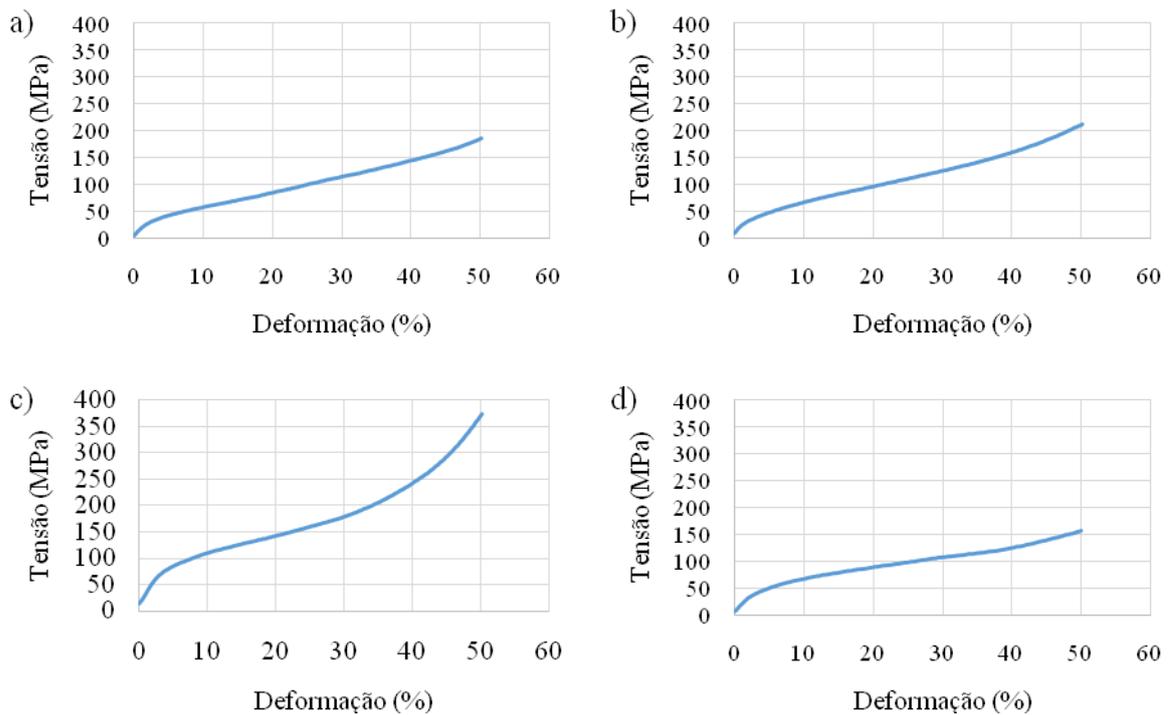


Figura 52 - Aspecto das curvas tensão x deformação dos compósitos sinterizados a 600°C: a) Al puro, b) Al-5% de finos, c) Al-10% de finos e d) Al-15% de finos.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

As amostras de alumínio puro mostraram comportamento muito semelhante em ambas as temperaturas de sinterização, tendo a sinterizada a 600°C uma resistência mecânica pouco maior. As amostras contendo 5% de finos apresentaram uma resistência mecânica sensivelmente maior quando sinterizadas a 600°C, enquanto as de 10% sinterizadas na mesma temperatura se mostraram muito mais resistentes do que as sinterizadas na menor temperatura. Por fim, as amostras contendo 15% de finos, sinterizadas a 600°C, apresentaram resistência mecânica sensivelmente menor que as sinterizadas a 550°C, sendo o inverso do observado para as amostras de alumínio puro.

A tensão de escoamento foi calculada utilizando os dados das figuras anteriores e os resultados para cada amostra, a média e o desvio padrão para cada condição de trabalho, pode ser vista na Tabela 9, para ambas as temperaturas de sinterização.

Tabela 9 - Limite de escoamento médio para as diferentes condições de trabalho (MPa).

% de minério de manganês	550°C	600°C
0	33,97 ± 6,20	31,85 ± 3,27
5	32,44 ± 2,98	35,94 ± 10,57
10	75,33 ± 8,83	69,08 ± 31,29
15	60,65 ± 32,24	40,74 ± 7,96

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Pode ser notado que o limite de escoamento das amostras foi maior para a sinterização a 550°C, exceto para 5% de finos de resíduos de minério de manganês. Os resultados obtidos seguem o que foi apontado nos estudos de Rahimian, Parvin e Ehsani (2010), para compósitos com matriz de alumínio reforçado com alumina, no qual a adição de reforço melhorou as propriedades mecânicas das amostras estudadas.

O limite de escoamento das amostras reforçadas com 5% de finos de minério de manganês ficou muito próximo do limite de escoamento das amostras de alumínio puro. No entanto, quando sinterizadas a 550°C notou-se uma sensível queda em seu valor.

O maior valor do limite de escoamento foi observado nas amostras contendo 10% de finos de minério de manganês, em ambas as temperaturas de sinterização. Comparando com as amostras de alumínio puro, o aumento foi de 121,8%, para as amostras sinterizadas a 550°C, e de 116,9%, para as amostras sinterizadas a 600°C.

Assim como observado por Rahimian, Parvin e Ehsani (2010) em seus estudos, as amostras analisadas no presente trabalho apresentaram um aumento progressivo da resistência mecânica, que atingiu seu pico na proporção intermediária. Pode-se atribuir a redução na resistência mecânica das amostras contendo 15% de reforço à maior presença de porosidade, o que também foi observado pelos autores supracitados.

Para as amostras sinterizadas a 550°C, Tabela 10 e Figura 53, as amostras com 10% de finos de minério de manganês apresentaram maior resistência mecânica em todas as

deformações do que as outras proporções, o que pode ser explicado pelo barramento das discordâncias ser mais efetivo do que nas amostras com 5%. A maior porosidade pode ter causado a fragilização nas amostras com 15% de finos de minério, fato que as tornou menos resistentes que as amostras com 10%. Para todas as deformações, nota-se que os compósitos adquiriram maior resistência mecânica dos que as amostras de alumínio puro.

A ordem dos valores de tensão, para as deformações de 5, 10, 20 e 30% decresceu na seguinte sequência: 10% de finos, 15%, 5% e alumínio puro. Para a deformação de 40%, as amostras contendo 15% de finos, a tensão foi menor do que para as amostras contendo 5%, ficando na seguinte ordem decrescente: 10% de finos, 5%, 15% e alumínio puro.

Tabela 10 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C.

Deformação (%)	Al-0% (MPa)	Al-5% (MPa)	Al-10% (MPa)	Al-15% (MPa)
5	33,76 ± 5,82	42,21 ± 6,45	51,98 ± 11,93	50,68 ± 12,43
10	50,78 ± 7,31	64,53 ± 11,01	85,01 ± 10,76	78,83 ± 17,70
20	77,12 ± 9,68	95,94 ± 13,20	116,17 ± 11,18	102,29 ± 23,99
30	105,72 ± 9,43	121,52 ± 15,15	139,62 ± 14,26	122,53 ± 25,89
40	135,32 ± 11,38	153,61 ± 19,82	169,56 ± 20,16	142,50 ± 28,24

Fonte: Pesquisa direta (2021).

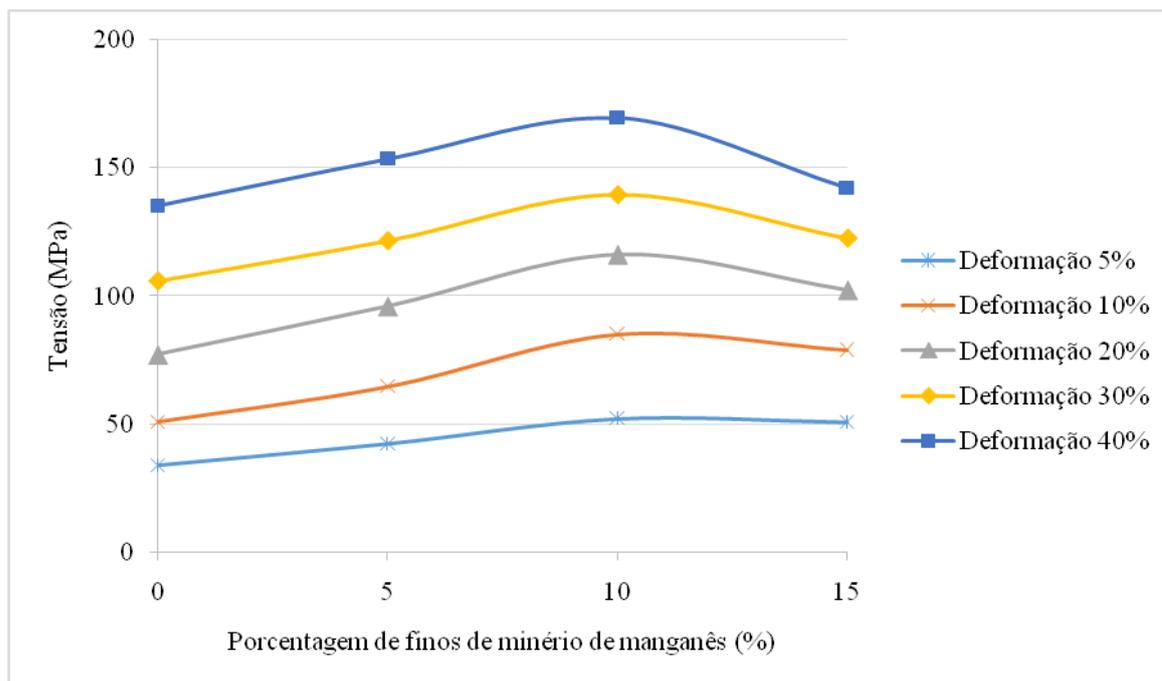


Figura 53 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 550°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Na Tabela 11 e Figura 54 podem ser observados os valores de tensão para as amostras sinterizadas a 600°C. Para a deformação de 40%, nas amostras com 10% de finos de minério de manganês, a tensão atingida foi muito maior que a tensão para 15%, fato que pode ser explicado pela fragilização destas, devido à maior porcentagem de fase dispersa, além da maior dificuldade (comparada às amostras com 10% de finos) de adesão na matriz por conta da maior presença de partículas com grande área de interface e, conseqüentemente, maior porosidade. Este fato é reforçado pela percepção de que as amostras de 5% serem sensivelmente mais resistentes que as de 15%, uma vez que as amostras com 5% de finos possuem menor porcentagem de fase dispersa possibilitando, uma matriz mais contínua e um maior encruamento.

Para as menores deformações, as tensões para as amostras com 5 e 15% de finos de minérios de manganês foram bem próximas, porém, a partir de 20% de deformação a diferença passou a ser bem maior, evidenciando o fato explicado anteriormente.

A ordem dos valores de tensão, para as deformações de 5 e 10% decresceu na seguinte sequência: 10% de finos, 15%, 5% e alumínio puro. Para as deformações de 20, 30 e 40%, a ordem de decrescimento da tensão foi: amostras contendo 10% de finos, 5%, 15% e alumínio puro. Ou seja, para todas as proporções com reforço de resíduos de minério de manganês, a

tensão para deformações específicas superou as tensões do alumínio puro, denotando vários níveis de aumento de resistência mecânica.

Tabela 11 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C.

Deformação (%)	Al-0% (MPa)	Al-5% (MPa)	Al-10% (MPa)	Al-15% (MPa)
5	32,63 ± 3,43	41,30 ± 7,27	57,09 ± 16,87	44,44 ± 5,08
10	48,47 ± 7,15	63,40 ± 12,10	86,54 ± 26,99	64,42 ± 7,45
20	75,24 ± 9,69	96,16 ± 16,26	119,80 ± 32,72	88,18 ± 11,08
30	103,45 ± 11,49	126,98 ± 19,00	149,63 ± 40,67	107,88 ± 13,80
40	130,72 ± 13,13	161,56 ± 25,35	192,06 ± 54,20	129,37 ± 17,70

Fonte: Pesquisa direta (2021).

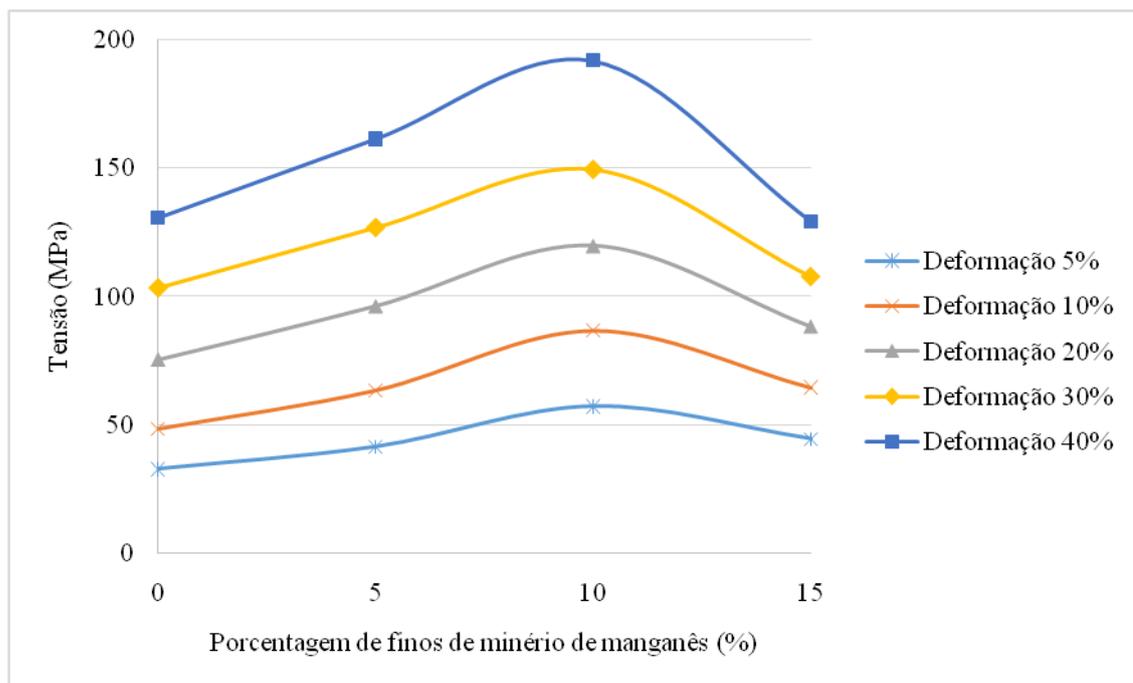


Figura 54 - Tensão versus porcentagem de finos de minério de manganês nos compósitos sinterizados a 600°C.

Fonte: Pesquisa direta (2021).

Dentre todas as condições de trabalho analisadas, a que apresentou uma maior resistência mecânica foi o compósito com 10% de finos de minério de manganês, sinterizado a 600°C. A quantidade de partículas de reforço e a temperatura de sinterização foram combinadas para barrar as discordâncias com maior eficiência que as amostras com 5%, e

permitiram uma matriz com menos porosidade e fragilidade que as amostras com 15% de finos de minério.

A carga de 25kN resultou em tensões de quase 880MPa em algumas amostras. Como foi dito, os gráficos de tensão versus deformação foram traçados até 50% de deformação de cada amostra, entretanto algumas delas deformaram até mais de 80%, o que resultaria em gráficos com baixa resolução, de difícil análise. Os aspectos finais das amostras após os ensaios podem ser observados nas Figuras 55 a 57.



Figura 55 - Aspecto geral das amostras após a compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2021).



Figura 56 - Aspecto geral das amostras após a compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2021).



Figura 57 - Aspecto geral das amostras após a compressão.
Fonte: Pesquisa direta (2021).

5 CONCLUSÕES

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

Foram obtidos, com sucesso, compósitos com matriz de alumínio reforçados com diferentes proporções mássicas de finos de minério de manganês.

Todas as amostras obtidas apresentaram ganho de massa e de volume após a sinterização. Foi observado que o maior ganho de massa ocorreu em todas as amostras sinterizadas a 600°C, sendo o maior valor ($1,15 \pm 0,59$)% para as amostras contendo 5% de resíduos de minério de manganês. Não pôde ser observada uma relação clara para o ganho de massa e as proporções de mistura.

Após a sinterização, os valores de densidade de todas as amostras reduziram. Foi observado o maior valor nas amostras com 10% de finos de minério de manganês, ($2,34 \pm 0,04$)g/cm³ sinterizadas a 550°C e ($2,31 \pm 0,17$)g/cm³ sinterizadas a 600°C, seguidas pelas amostras com 15% de finos, sinterizadas a 550°C. Assim como nos estudos de Ferreira (2017), todas as proporções apresentaram densidade superior à das amostras de alumínio puro.

Nas análises por MEV, pôde se observar uma grande variedade de orientações, tamanhos e geometrias das partículas incorporadas no alumínio, uma boa densificação das amostras, apresentando matriz contínua e mostrando que nenhuma proporção de mistura tendeu a formar aglomerados. As amostras contendo 15% de finos de minério de manganês apresentaram maior porosidade, tanto na matriz de alumínio quanto nas interfaces entre a matriz e as partículas maiores.

Os valores de porosidade da seção longitudinal das amostras aumentaram com a porcentagem dos finos de minério de manganês, chegando ao seu máximo nas amostras contendo 15% de finos, sinterizadas a 600°C. Os resultados variaram de ($1,25 \pm 0,17$)% para as amostras contendo 5% de finos de minério de manganês sinterizadas a 600°C até ($3,02 \pm 0,83$)% para as amostras contendo 15% de reforço sinterizadas a 600°C.

As amostras contendo 10% de finos de minério de manganês apresentaram o maior limite de escoamento, com aumentos de 121,8%, para a sinterização a 550°C, e de 116,9%

para a sinterização a 600°C, quando comparadas ao alumínio puro. Para todas as amostras, o maior limite de escoamento foi observado nas sinterizadas a 550°C.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, S. F. **Recursos minerais do Brasil**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1973.

AKBARI, M. K.; BAHARVANDI, H. R.; MIRZAEI, O. Investigation of particle size and reinforcement content on mechanical properties and fracture behavior of A356-Al₂O₃ composite fabricated by vortex method. **Journal of Composite Materials**, v. 48, n. 27, p. 3315-3330, 2014.

ARAUJO FILHO, O. O.; BEZERRA JUNIOR, C. A.; MOURA, A. D. A.; ARAÚJO, E. G.; SANTOS, M. J.; MELO, L. G. T. C. **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.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2008. 594 p.

BARBOSA, L. P.; MOURISCO, A. J.; AMBROZIO FILHO, F. Microestrutura de compósitos alumínio carbetos de silício obtidos por moagem de alta energia, (2000), 19301 - 19309.

BROPHY, J. H.; PEARSALL, G. W.; ROSE, R. M.; SHEPARD, L.; MOFFAIT, W. G.; WULFF, J.; HAYDEN, H. **Ciência dos materiais: estrutura, propriedades termodinâmicas**. Rio de Janeiro: LTC, 1972.

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

CHAWLA, K. K. **Composite Materials: Science and Engineering**. New York USA, 1987.

CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do pó: Técnica e produtos**. 3. ed. São Paulo: ABM, 1992. 352 p.

FARIA, Geraldo Lúcio de. **Estudo geometalúrgico de granulados e pelota de minério de manganês**. 302 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2011.

FERREIRA, Lygia Maria Policarpo. **Fabricação e caracterização de compósitos de alumínio reforçado com nano partículas magnéticas, via metalurgia do pó**. 203 f. Tese

(Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.

FOGAGNOLO, João Batista. **Estudo do processo de fabricação de materiais compósitos de matriz de alumínio por metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão**. 256 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia da Fabricação, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

HAGELSTEIN, Karen. Globally sustainable manganese metal production and use. **Journal of Environmental Management**, [s.l.], v. 90, n. 12, p.3736-3740, set. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2008.05.025>.

LEVY NETO, Flamínio; PARDINI, Luiz Claudio. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2016. 416 p.

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.

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, Aroldo José. **Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de sic por metalurgia do pó**. 1995. 101 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Tecnologia Nuclear, Ipen, São Paulo, 1995.

PEREIRA, M. J.; LIMA, M. M. F.; LIMA, R. M. F. **Calcination and characterisation studies of a Brazilian manganese ore tailing**. International Journal of Mineral Processing, [s.l.], v. 131, p.26-30, set. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.minpro.2014.08.003>.

RAHIMIAN, Mehdi; PARVIN, Nader; EHSANI, Naser. **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, [s.l.], v. 527, n. 4-5, p.1031-1038, fev. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2009.09.034>.

REIS, Érica Linhares. **Caracterização de resíduos provenientes da planta de beneficiamento do minério de manganês sílico-carbonatado da RDM – Unidade Morro da Mina.** 141 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mineral, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2005.

REZENDE, Mirabel C.; BOTELHO, Edson C. **O uso de compósitos estruturais na indústria aeroespacial.** Polímeros, [s.l.], v. 10, n. 2, p.4-10, jun. 2000. UNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0104-14282000000200003>.

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

SANTANA, A. L. **Economia Mineral do Brasil.** DNPM, 2009. Capítulo 3. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/outraspublicacoes-1/>. Acesso em: 22 mai. 2019.

SANTANA, A. L. **Sumário mineral 2014.** DNPM, 2014. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2014>. Acesso em: 22 mai. 2019.

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

WANG, Hongming; LI, Guirong; ZHAO, Yutao; CHEN, Gang. **In situ fabrication and microstructure of Al₂O₃ particles reinforced aluminum matrix composites.** Materials Science and Engineering: A, [s.l.], v. 527, n. 12, p.2881-2885, maio 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.022>.