

ESTUDO DO COMPORTAMENTO DO TAMANHO DE GRÃO NA LAMINAÇÃO DO ALUMÍNIO ¹

*Flávio Antônio de Moraes Pinto*²
*Marcelo Lucas Pereira Machado*³
*Renan Carreiro Rocha*⁴

Resumo

O tratamento de recozimento é uma prática comum na indústria, ele é realizado com a finalidade de restabelecer as propriedades mecânicas do material, modificada durante a laminação a frio. Porém o tamanho do grão do material sofre modificação permanente, não retornando ao seu tamanho original. O trabalho investigou comportamento do tamanho do grão de uma liga de alumínio após a laminação a frio, analisando sua microestrutura e recristalização para uma redução de área de 40% a vários tempos e temperaturas de recozimento. Pode-se constatar que o tamanho do grão é uma função do tempo e da temperatura de recozimento. Sobre a recristalização observou-se que ela ocorre mais rápida com o aumento da temperatura.

Palavras-chave: Laminação a frio do alumínio; Tamanho de grão do alumínio; Liga de alumínio; Recristalização.

STUDY OF THE BEHAVIOR OF THE SIZE OF GRAIN IN THE LAMINATION OF ALUMINUM.

Abstract

The treatment of annealing is a common practice in the industry; it is carried out to restore the mechanical properties of the material, modified during the cold rolling. Therefore, the material grain size suffers permanent change, not returning to its original size. This work studied the behavior of an aluminum alloy grain size after cold rolling, analyzing its microstructure and recrystallization for 40% of the reduction area at several times and temperatures of annealing. We can see that the grain size is a function of the time and the annealing temperature. About recrystallization was observed that it occurs more quickly with increasing of the temperature.

Key words: Aluminum cold rolling; Aluminum grain size; Aluminum alloy; Recrystallization.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheiro Metalúrgico, M.Sc., Professor do Instituto Federal do Espírito Santo - IFES (Cefetes), Coordenadoria de Engenharia Metalúrgica – Vitória-ES, E-Mail: flaviop@cefetes.br*

³ *Engenheiro Metalúrgico, D.Sc., Professor do Instituto Federal do Espírito Santo - IFES (Cefetes), Coordenadoria de Engenharia Metalúrgica – Vitória-ES, E-Mail: marcelolucas@cefetes.br.*

⁴ *Graduando do curso de Engenharia Metalúrgica do Instituto Federal do Espírito Santo - IFES (Cefetes), Coordenadoria de Engenharia Metalúrgica Vitória-ES, E-Mail: carreiro.renan@gmail.br*

1 INTRODUÇÃO

A maior parte da produção de alumínio, consiste de produtos planos laminados e extrudados, com forte predominância dos primeiros,⁽¹⁾ o entendimento de fenômenos como, encruamento, recristalização, e crescimento de grãos são essenciais não só para se conformar corretamente o material, mais para controlar suas microestruturas, texturas e a relação de orientação entre as fases e, dessa maneira otimizar suas propriedades e desempenho.

A laminação é um processo de transformação mecânica que consiste na redução da seção transversal por compressão do metal, por meio da passagem entre dois cilindros de aço ou ferro fundido com eixos paralelos que giram em torno de si mesmos. A laminação é designada a frio quando o processo é realizado a temperaturas bem inferiores às de recristalização. O alumínio é um metal CFC que apresenta elevada energia de falha de empilhamento (EFE), de modo que na deformação a frio, uma estrutura celular é formada para deformação maiores de 0,1, essa deformação ocorre através dos processos de deslizamentos (escorregamento), ou seja, do movimento normal das discordâncias.⁽²⁻⁴⁾

No decorrer da deformação plástica, a geração ou movimento de discordâncias se tornam difíceis. A facilidade pelo qual discordâncias podem ser geradas em fontes de multiplicação de discordâncias, nos indica que há dificuldade para a deformação, ou o encruamento, deve advir de um efeito de restrição à movimentação de discordâncias. Portanto, o encruamento aparece como consequência do impedimento da movimentação das discordâncias durante a deformação plástica. Existem vários obstáculos à livre movimentação de discordâncias, sendo as mais importantes as: átomos dos solutos, partículas de segunda fase, contornos de grãos e subgrãos e até mesmo outras discordâncias.

Nas ligas de alumínio, além de aumentar a resistência mecânica, através do encruamento, a laminação, adicionalmente, nas ligas endurecíveis por precipitação, acelera o aumento de dureza associado com a formação de precipitados,⁽²⁾ entretanto produtos endurecidos por encruamento podem ter sua baixa dureza original restaurada, parcial ou completamente, pelo tratamento térmico de recozimento.

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal deformado a frio acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação. Essa diminuição de energia se dá por mecanismo de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos, essas transformações ocorrem em três processos distintos, sendo eles: a recuperação, a recristalização e o crescimento do grão.⁽⁵⁾

A recuperação compreende fenômenos que levam a restauração parcial da microestrutura do material proveniente da deformação plástica,⁽⁶⁾ na recuperação o processo de diminuição de energia ocorre pela movimentação das discordâncias. Existem dois processos principais: a aniquilação de discordância e o rearranjo, da mesma, em configurações de menor energia. Esse processo não envolve movimento de contornos de alto grão, o que impossibilita sua visualização em M.O.⁽⁷⁾

A recristalização caracteriza-se pelo aparecimento gradual de uma microestrutura de novos grãos. A nova microestrutura formada não apresenta evidências de deformação e a densidade de discordâncias é insignificante seja no interior do grão ou nos seus contornos, esse processo pode ser observado em microscopia óptica.⁽³⁾ Basicamente a recristalização envolve duas etapas: a nucleação e o crescimento.

A nucleação é considerada como sendo o início da recristalização, e é definida como os mecanismos de rearranjo de discordâncias de modo a formar uma região livre de defeitos associados a um contorno de alto ângulo com alta mobilidade e portanto, capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada.⁽⁸⁾

A recristalização é função do tempo e da temperatura tornando-se mais intensa e mais rápida com o aumento dessas duas variáveis, no caso do alumínio pode sofrer interferência de outros fenômenos, como por exemplo, a solubilização e a precipitação de fases secundárias. A recristalização prossegue modificando as propriedades do metal deformado e recuperado, o que continua até que a recristalização complete. Ela chegando ao fim as propriedades originais do metal não deformado são restaurados, com exceção dos efeitos do tamanho de grão e da textura.⁽³⁾

O aquecimento após a recristalização pode produzir crescimento de grãos, que pode ocorrer de modos diferentes. O grão pode crescer gradual e uniformemente através de um processo conhecido como crescimento normal de grão, que leva à eliminação de grãos com formas ou orientações desfavoráveis em relação aos seus vizinhos mais próximos. Esse processo ocorre facilmente no alumínio de alta pureza e no caso de ligas pode levar a formação de grãos relativamente grosseiros. Esse tipo de crescimento de grão ocorre quando há pequenos grãos recristalizados, altas temperaturas e aquecimento generalizado.

O objetivo geral deste projeto é estudar como se comporta o grão de alumínio após o tratamento térmico, de recozimento, a várias temperaturas. Outrossim, determinar a influência do tempo e da temperatura de tratamento, além de medir o tamanho do grão nas diferentes temperaturas de recozimento.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização desse estudo foram necessários vários procedimentos experimentais.

2.1 Análises Químicas

As amostras da liga de alumínio 6063 (Alcoa), utilizadas nestes experimentos, era uma barra com 5 mm x 20 mm de base e 10³ mm em seu comprimento. Para análises da composição química, levou-se a amostra ao MEV e realizou-se a análise por espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

2.2 Laminação a Frio

Para o processo de conformação mecânica por laminação a frio, utilizou-se um laminador elétrico da marca Machine, conforme Figura 1, disponível no Laboratório de conformação mecânica do IFES (Cefet-ES). A laminação das amostras foi realizada à temperatura ambiente.



Figura 1. Laminador elétrico disponível no Laboratório de conformação mecânica do IFES.

As dimensões das amostras a serem laminadas foram 5 mm x 20 mm de base e 200 mm em seu comprimento. Na Figura 2, evidência o corpo de prova antes da laminação a frio.

A redução de área foi obtida gradativamente. Isso porque, a cada passe da amostra no laminador reduzia-se a distância entre os cilindros de trabalho. Após a passagem do corpo de prova por doze vezes do laminador obteve-se uma redução de área de 40 %, conforme Figura 3.



Figura 2. Corpo de prova da liga AA 6063 antes do processo de Laminação a frio



Figura 3. Corpo de prova da liga AA 6063 após o processo de laminação a frio.

2.3 Tratamento Térmico

As amostras foram cortadas e levadas ao forno do tipo mufla, conforme Figura 4, disponível no laboratório de tratamento térmico do IFES (Cefet-ES). Para a realização do tratamento térmico de recozimento, calibrou-se o forno na temperatura desejada (Tabela 1), para depois inserir as amostras no forno. Em cada temperatura realizou-se o tratamento térmico com quatro tempos distintos, conforme Tabela 1.



Figura 4. Forno tipo mufla disponível no Laboratório de Tratamentos Térmicos do IFES.

Tabela 1. Temperatura e tempo de recozimento aplicado nas amostras da liga AA6063

Temperatura (°C)	396°C	462°C	495°C
Tempo (min.)	10, 40, 70 e 100	10, 40, 70 e 100	10, 40, 70 e 100

2.4 Preparação Metalográfica

As amostras foram lixadas manualmente com papel de carbetto de silício com granulométrica de (220, 320, 400, 600, 800, 1.000, 1.200 e 4.000), O lixamento consistiu basicamente de 6 passes a 10 passes com tempo variando entre 1 minuto a 2 minutos, por se tratar de um metal macio utilizou-se baixa pressão.

Após a retificação fina em lixa grana 4.000, foi realizado o polimento mecânico em uma politriz com baixa rotação, como abrasivo para o polimento utilizou-se inicialmente pasta de diamante com granulometria de 1 µm seguido de 0,25 µm e para o polimento final usou-se sílica na forma coloidal. O tempo para cada procedimento descrito acima variou entre 2 minutos a 3 minutos.

Após a obtenção de uma superfície plana e polida, foi realizado um ataque químico com o ácido fluorídrico HF a 40%, para evidenciar a forma e os contornos dos grãos. O tempo médio de ataque variou entre 20 segundos a 40 segundos dependendo da energia interna do material.⁽⁹⁻¹¹⁾

2.5 Medida do Tamanho do Grão

As imagens obtidas através de microscopia óptica foram registradas através de uma câmera digital acoplada no microscópio. Posteriormente foram trabalhadas no software adobe Photoshop versão CS2, com a finalidade de aumentar o contraste entre grão/contorno.

Os grãos foram analisados e medidos através do analisador de Imagens GSA (Granulômetro Semi Automático). O software foi desenvolvido pela departamento de engenharia mecânica da UFES. O programa possui como princípio de funcionamento a contagem de interseção dos contornos de grãos com linhas pré estabelecidas pelo analisador, conforme a norma técnica ASTM E112-96.⁽¹²⁾

No presente estudo, utilizaram-se quatro linhas horizontais e quatro linhas verticais distribuídas uniformemente na imagem, conforme pode ser observado na Figura 5.

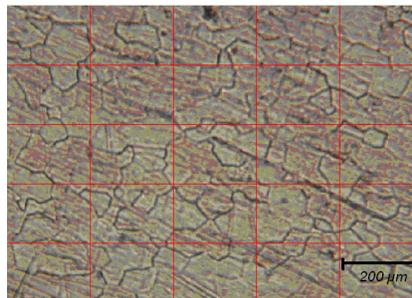


Figura 5. Liga de alumínio AA6063 recozida a 462° C por 40 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Análises Química

Os dados obtidos na análise química utilizando o EDS foram:

Tabela 2- Composição química da liga AA6063

Elemento	Mg	Si	Al
%	0,5	0,4	>99

Após a análise química pode-se constatar que a liga de alumínio estudada era a AA6063.⁽¹³⁾ Nas ligas da série 6000 o magnésio e o silício combinam-se para formar o composto intermediário Mg₂Si, que antes de atingir o equilíbrio no superenvelhecimento, é o responsável pelo endurecimento da liga.⁽²⁾

3.2 Laminação a Frio

Para o presente estudo desejava-se uma redução de área em torno de 40 %, após vários passes obteve-se uma redução de área de 42,38%. Os dados do ensaio estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Redução de área obtida por laminação a frio.

N. de Passes	Altura(mm)	Largura(mm)	Área (mm ²)
Inicial	6,40±0,05	19,10±0,05	122,24±0,25
4 passes	4,80±0,05	19,50±0,05	93,60±0,25
8passes	4,45±0,05	19,55±0,05	86,99±0,25
12 passes	3,50±0,05	19,95±0,05	69,82±0,25

3.2.1 Cálculo da redução de área

$$r = \frac{A_i - A_f}{A_i}$$

$$r = \frac{122,24 - 69,82}{122,24}$$

Onde:

r Redução de área

$$r = 0,4288 \text{ ou}$$

A_i Área inicial

$$r = 42,88 \%$$

A_f Área final

3.3 Análises Metalográfica

Com o auxílio de um microscópio óptico foi possível a observação da microestrutura da liga AA 6063, bem como a forma, tamanho e distribuição dos grãos.

3.3.1 Antes da laminação a frio

A imagem obtida por microscopia óptica, figura 06, nos permite visualizar os grãos da liga AA6063 antes da laminação, podemos observar os grãos de forma totalmente equiaxiais.

3.3.2 Encruamento

Logo após a deformação imposta ao material, pode-se observar uma mudança na forma dos grãos. Os grãos passaram de totalmente equiaxiais para grãos alongados, conforme Figura 7.

No estado encruado a energia do alumínio é aumentada, tendendo assim a acelerar as reações químicas, porém a resistência a corrosão não é muito influenciada pelo encruamento.⁽¹³⁾



Figura 6. Liga de alumínio AA6063, microestrutura apresentada antes da laminação, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.



Figura 7. Liga de alumínio AA6063, microestrutura apresentada após a laminação a frio, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

3.3.3 Após recozimento

A maior parte da energia gasta na laminação a frio se dissipa na forma de calor, mas uma fração é armazenada no metal. Essa energia armazenada é liberada com uma ativação térmica, favorecendo a movimentação das discordâncias e consequentemente a formação de uma nova microestrutura.⁽¹⁴⁾ Essas transformações ocorrem no recozimento, e a velocidade com que ocorrem é uma função do tempo e da temperatura de recozimento.

No presente trabalho investigou a influência da temperatura e do tempo de recozimento no comportamento do grão de alumínio após o laminação a frio.

- **Recozimento a temperatura de 395°C**

Após o tratamento térmico de dez minutos ocorre a formação de novos grãos, conforme a Figura 8. Com o passar do tempo esses grãos vão aumentando em quantidade caracterizando assim a recristalização tal fenômeno pode ser observado nas Figuras 9 e 10.

Já na Figura 11, podemos observar a recristalização completa. O que nos permite afirmar que o fenômeno de recristalização dos grãos ocorreu em um intervalo de tempo desconhecido entre 70 minutos a 100 minutos de tratamento térmico na temperatura de 395°C.

O pequeno tamanho do grão está relacionado com o precipitado de Mg₂Si que nessa temperatura está localizado preferencialmente no contorno de grão dificultando assim o crescimento do grão.⁽²⁾

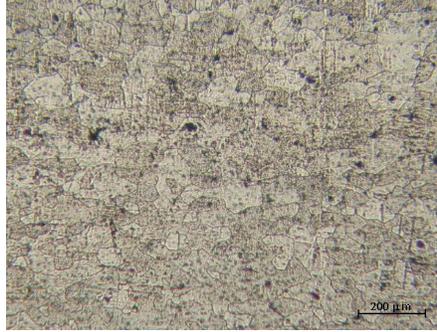


Figura 8. Liga de alumínio AA6063 recozida a 395°C por 10 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

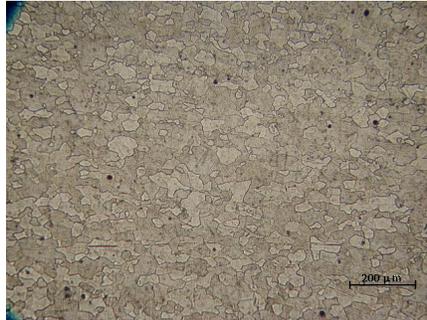


Figura 9. Liga de alumínio AA6063 recozida a 395°C por 40 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.



Figura 10. Liga de alumínio AA6063 recozida a 395°C por 70 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

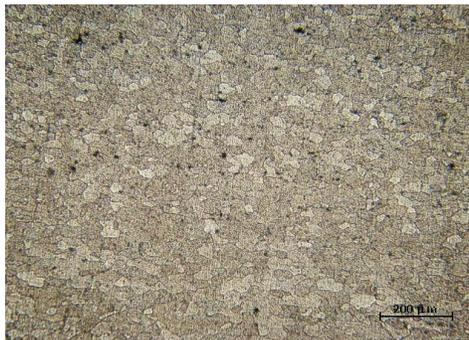


Figura 11. Liga de alumínio AA6063 recozida a 395°C por 100 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

- **Recozimento a temperatura de 462°C**

Após dez minutos de tratamento térmico, já percebemos uma grande fração recristalizada, conforme a Figura 12. Aumentando-se o tempo de recozimento de

dez para 40 minutos, pode observa-se a recristalização quase completa, conforme Figura 13.

Na liga em estudo, a recristalização foi concluída em um estágio de tempo desconhecido entre quarenta e setenta minutos. Tal afirmação é embasada na observação da Figura 14, que evidencia a nova microestrutura totalmente formada.

O aumento de temperatura favoreceu a recristalização, diminuindo o tempo para que ocorresse a total recristalização.^(2,7,8) O aquecimento após a total recristalização permitiu o processo de crescimento de grão, conforme Figura 15.

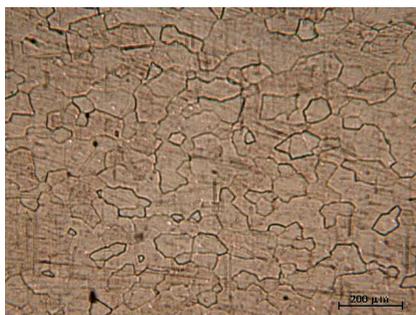


Figura 12. Liga de alumínio AA6063 recozida a 462°C por 10 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

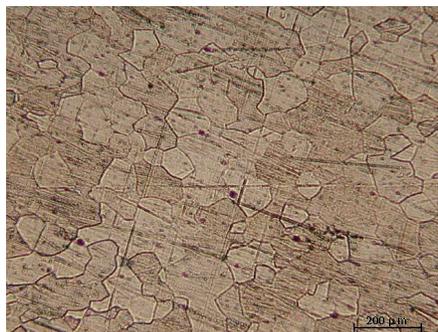


Figura 13. Liga de alumínio AA6063 recozida a 462°C por 40 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.



Figura 14. Liga de alumínio AA6063 recozida a 462°C por 70 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.



Figura 15. Liga de alumínio AA6063 recozida a 462°C por 100 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

- **Recozimento a temperatura de 495°C**

Para uma temperatura de recozimento de 495°C o processo de recristalização ocorreu mais rápido. Na ensaio com 10 minutos de tratamento térmico, figura 16, podemos observar a recristalização quase que completa do material. A partir de 40 minutos de tratamento (Figuras 17, 18 e 19), podemos observar claramente o fenômeno de crescimento de grão. Na Figura 19, podemos observar grãos grosseiros. Provavelmente devido a dissolução das partículas de Mg_2Si , que implica na remoção de obstáculos ao crescimento de grão.⁽¹³⁾

3.4 Medida do Tamanho de Grão

A Tabela 3, apresenta a medida do tamanho médio do grão em função da temperatura e tempo de recozimento. As medidas estão apresentadas em unidade métrica e na norma da ASTM para tamanho de grão.⁽¹²⁾

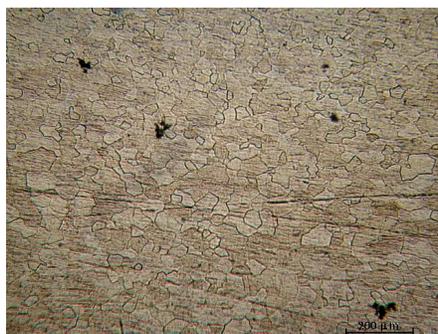


Figura 16. Liga de alumínio AA6063 recozida a 495°C por 10 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

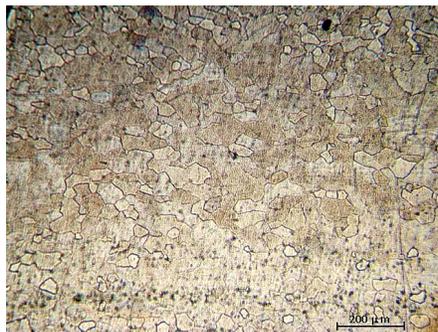


Figura 17. Liga de alumínio AA6063 recozida a 495°C por 40 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.



Figura 18. Liga de alumínio AA6063 recozida a 495° C por 70 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

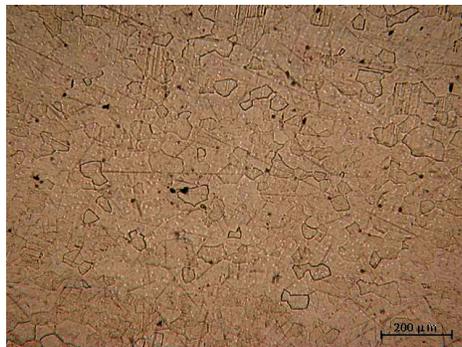


Figura 19. Liga de alumínio AA6063 recozida a 495°C por 100 minutos, reativo: HF 40%, aumento: 100X. M.O.

Tabela 3. Tamanho médio dos grãos da liga AA6063 em função da temperatura e tempo de recozimento.

Tempo (minutos)	395°C		462°C		495°C	
	μm	ASTM	μm	ASTM	μm	ASTM
10 min.	66,46±1,61	4,5	111,44±3,95	3,0	60,16±0,90	5,0
40 min.	52,42±2,03	5,0	115,70±3,72	3,0	59,80±4,56	5,0
70 min.	48,45±2,18	5,0	63,37±1,39	4,5	74,11±2,65	4,0
100 min.	46,18±3,10	5,5	69,42±2,79	4,5	80,35±6,50	4,0

Através dos pontos obtidos foram feitas curvas com aproximação de segundo grau usando o método dos mínimos quadrados, no software MATLAB. As curvas construídas são em função do tamanho de grão e da temperatura de recozimento, figura 20. As três curvas possuem a mesma tendência. O decréscimo do tamanho do grão com o passar do tempo e após chegar a um ponto mínimo, ocorre o crescimento do grão.

O ponto mínimo na curva é o momento onde ocorre a total recristalização da liga AA6063 em estudo. Observa-se que os resultados para o tempo de recristalização analisando o ponto de mínimo para cada curva no gráfico ficaram muito próximos com a análise visual das micrografias obtidas por M.O.

Pode se observar que com o aumento da temperatura diminui o tempo para que ocorra a total recristalização, o que era esperado.^(2,7,8) Outro resultado obtido pela análise do gráfico é o tamanho do grão recristalizado, observou-se que com o aumento de temperatura os grãos cresceram, porém ocorreu uma grande diferença no tamanho final do grão para as três curvas.

Tal fenômeno pode se explicado pelos elementos de ligas encontrados na análise química. O magnésio e o silício provavelmente formam um precipitado de Mg₂Si, que se encontram preferencialmente na região de contorno de grão. Esse

precipitado funciona como uma barreira para o crescimento de grão, no entanto com o aumento da temperatura ocorre a solubilização dos precipitados na matriz de alumínio consequentemente os grãos não encontram mais barreiras para o seu crescimento.⁽¹³⁾

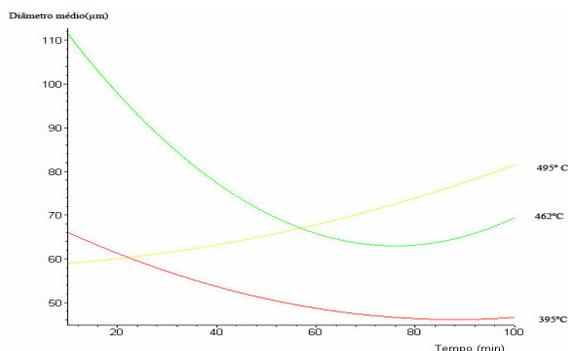


Figura 20. curvas do comportamento do grão da liga AA6063 após o recozimento nas temperaturas de 395°C, 462°C e 495°C.

4 CONCLUSÕES

O alumínio ao ser deformado teve sua microestrutura alterada, ou seja, seus grãos mudaram de forma, de totalmente equiaxiais para grãos alongados. Nesta etapa, grande parte da energia foi dissipada na forma de calor, porém uma determinada quantidade fica retida no material, e com uma ativação térmica, o recozimento, será o responsável pela a reordenação dos átomos na matriz formando uma nova microestrutura.

A formação dessa nova microestrutura foi a mesma para todas as temperaturas estudadas. Primeiro ocorre à formação de pequenos grãos que vão crescendo favorecidos pela movimentação e aniquilação das discordâncias até que ocorra o fim da recristalização.

A temperatura de recozimento tem papel fundamental no comportamento do grão. Em temperaturas mais elevadas o processo de recristalização ocorreu mais rápido e o tamanho do grão foi maior.

A composição química teve importante influência no tamanho de grão recristalizado. Os precipitados de Mg_2Si provavelmente, serviram de barreiras para o crescimento de grãos a baixa temperatura. Porém em temperaturas mais elevadas a provável solubilização do precipitado na matriz de alumínio favoreceu o crescimento de grão.

Como existe forte correlação entre as propriedades mecânicas e o tamanho de grão do material metálico, então sugestão para futuros trabalhos seria relacionar os resultados obtidos no presente estudo com as propriedades mecânicas do material.

Agradecimentos

Agradeço a FACITEC da Prefeitura Municipal de Vitória pelo apoio financeiro disponibilizando uma bolsa de Iniciação Científica e ao IFES (CEFET-ES) pelo espaço físico e os laboratórios disponibilizados.

REFÊRENCIAS

- 1 SANDERS R. E. Jr. Technology innovation in aluminium products. *JOM* vol.53 pag 21 - 25, 2001.
- 2 Aluminium von innen, Dietrich Altenpohl, Aluminum-verlag, Düsseldorf, 1994.
- 3 H.J McQueen, in thermomechanical processing of Al alloys, editado por J.G Morris, Aime, 1978,p.1
- 4 Martins. J.P Estudo da recuperação e recristalização do tântalo com microestrutura oligor cristalina laminado a frio. 112p. Dissertação (mestrado), Faculdade de engenharia Química de Lorena, Lorena 2002.
- 5 F. HAESSNER. Systematic survey and basicproblemas of recrystallization. In: F. HAESSNER (ed.) *Recrystallization of metallic materials. Dr Riederer Verlag*, pp. 1-3 stuttgart, 1978.
- 6 Blum, W. MCQUEEN, H.J. dynamics of recovery and recrystallization Materials Science forum, Vol. 217-222, pp.31-42, 1996.
- 7 DOHERTY, R.D recrystallization and texture. Progress in Materials Science, Vol:42, pag:39-58,1997.
- 8 F.J HUMPHREYS F.J.; HATHERLEY, M. Recrystallization and related annealin phonemane. Oxford. Pergamon, 1995. 497 p.
- 9 Coutinho, T.A., *Metalografia de não ferrosos*, Edgard Blucher Ltda, São Paulo, SP, Brasil, 1980, 80-101
- 10 AMERICAN SOCIETY FOR METALS, .. Metals handbook: metallography and microstructures. 9 ed. Ohio: ASM International, 1983.
- 11 VOORT, George F. Vander. Metallography: principles and practice. 1 ed. New York: McGraw-Hill, 1984.
- 12 NORMA ASTM E112-96 – Standard test Methods for determining Average Grain Size.
- 13 Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, J.E.Hatch, ASM, Metals Park,USA,1990.
- 14 REED-HILL, Robert E. Princípios de Metalurgia Física.Guanabara dois S.A. 2ed, Rio de Janeiro, R.J, Brasil, 1982, 228-277.