

CORRELAÇÃO ENTRE ENERGIA ARMAZENADA NA DEFORMAÇÃO E MEDIDAS MAGNÉTICAS¹

Marcos Flávio de Campos²
Ivan Gilberto Sandoval Falleiros³
Fernando José Gomes Landgraf⁴

RESUMO

Um aço elétrico foi submetido a deformação plástica de 0 a 8% e observou-se uma correlação entre propriedades magnéticas e dados de difração de raios-X. Verificou-se a existência de uma relação do tipo largura do pico proporcional à raiz quadrada da deformação real. Tanto a parcela histerética de perdas como a largura do pico de difração comportam-se de maneira semelhante em função da deformação. Basta uma deformação muito pequena (0,5%), que tanto as perdas como a largura do pico aumentam significativamente. Após esse aumento significativo que ocorre com pequena deformação, tanto a parcela histerética como a largura de pico crescem mais lentamente e gradualmente com a deformação. Discutiu-se como os dados obtidos por difração de raios-X podem ser utilizados para estimar a energia armazenada durante a deformação através das teorias de Hall e de Stibitz, as quais relacionam a largura de pico de difração com a energia armazenada durante a deformação. Os resultados indicam a possibilidade de estabelecer uma correlação entre perdas histeréticas e energia armazenada, o que permitiria estimar a densidade de discordâncias diretamente a partir da medida de perdas, sem a necessidade de nenhum dado microestrutural.

Palavras chave: aços elétricos, perdas magnéticas, encruamento

e_mail: mfdcampo@uol.com.br ou mcampos@metal.eeimvr.uff.br

1) Artigo submetido ao 59º Congresso Anual da ABM, 19 a 22 de julho de 2004, São Paulo SP

2) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia Industrial metalúrgica de Volta Redonda – Universidade Federal Fluminense, Av. dos Trabalhadores 420, Vila Santa Cecília, cep 27255-125, Volta Redonda, RJ

3) Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes, 2463, cep 05508-900, São Paulo SP

4) Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo

1. Introdução

O intuito deste trabalho é, primeiramente, verificar a existência de uma correlação entre propriedades magnéticas e dados de difração de raios-X. Posteriormente, visa-se discutir como os dados obtidos por difração de raios-X podem ser utilizados para estimar a energia armazenada durante a deformação.

Até então, na falta de um parâmetro melhor, estivemos usando (CAMPOS, 2000), assim como é feito na literatura, o Fator de Taylor de cada orientação como indicador da energia armazenada na deformação. Esse é um parâmetro teoricamente calculado, que não necessariamente reflete a realidade do estado deformado.

Nas raras tentativas de se estabelecer uma correlação entre Fator de Taylor e energia armazenada na deformação (KALLEND; HUANG (1984), RAJMOHAN et al. (1997) e RAJMOHAN et al. (1998)) os resultados da literatura apontaram que não existe uma clara correlação entre Fator de Taylor e energia armazenada na deformação. Ou seja, às vezes orientações com baixo Fator de Taylor apresentam alta energia armazenada, e vice-versa. Daí surge a necessidade de dispor de um método direto que permita-nos medir a energia armazenada por cada orientação durante a deformação.

Além de difração de raios-X, os outros métodos tipicamente usados para estimativa da energia armazenada na deformação são a calorimetria térmica diferencial “DSC” e estimativa de densidade de discordâncias através de Microscopia Eletrônica de Transmissão - MET. Os valores obtidos por essas diferentes técnicas levam a diferentes resultados. Calorimetria tende a fornecer valores uma ordem de grandeza maior do que difração de raios-X. Os valores obtidos por difração de raios-X estão na faixa de 8-80 J/mol, enquanto que por calorimetria obtém-se 250-800 J/mol (HUMPHREYS; HATHERLY, 1996).

Por ser um método direto, a medida da densidade de discordâncias por Microscopia Eletrônica de Transmissão parece ser, à primeira vista, mais adequada para estimar a energia armazenada. Porém, a estimativa através de MET é feita com observação de apenas uma pequena parcela do volume da amostra. Além disso, a equação usada para a estimativa (equação 1.1) (BACROIX et al., 2001) supõe um arranjo particular de discordâncias e requer alguns parâmetros adicionais.

$$W = \alpha G |B|^2 \rho \ln(R_e / |B|) \quad (1.1)$$

onde ρ é a densidade de discordâncias, $|B|$ é a norma do vetor de Burgers, G é o módulo de cisalhamento, α depende da quantidade de discordâncias em cunha e em hélice, e R_e (“average cut-off radius of the dislocations”) está relacionado à configuração dos arranjos de discordâncias e à extensão dos campos de tensões destas.

Por outro lado, difração de raios-X permite que a estimativa seja feita a partir de uma amostragem significativa e, além disso, esse método permite que seja avaliada a energia armazenada em cada plano cristalográfico, o que é uma enorme vantagem

sobre o método calorimétrico. Entre os métodos disponíveis, difração de raios-X apresenta-se como o mais conveniente para estimar a energia armazenada na deformação em cada plano e cada orientação cristalina, o que é essencial, por exemplo, no caso de estudos sobre texturas de recristalização.

2. Procedimento Experimental

O aço utilizado apresenta teor de Si em torno de 2,5%, com espessura de 0,50 mm. A resistividade é $38,1 \mu\Omega/\text{cm}$ e densidade, $7,7 \text{ g/cm}^3$. Os espectros de difração foram obtidos em difratômetro RINT 2000, radiação $\text{Cu K}\alpha$, 40 kV, 20 mA e $0,02^\circ$ (2θ) de passo.

As medidas magnéticas foram realizadas, nas direções de laminação e transversal, a 60Hz 1,5T e na condição quase-estática ($f < 0,1\text{Hz}$) para a realização da separação de perdas (descrito em detalhes em CAMPOS, 2000). Os sistemas utilizados para as medidas magnéticas em quadro de Epstein são de autoria de Julio Carlos Teixeira, do IPT.

3. Resultados e Discussão

3.1. Medidas Magnéticas

Tabela 3.1 Propriedades magnéticas da série de amostras 2080-2090

Amostra	%def	def real	$\mu_{15} L$	$\mu_{15} T$	$B_{50} L (T)$	$B_{50} T (T)$	esp L (mm)	esp T (mm)
2080	0	0	2281	1206	1,764	1,705	0,485	0,483
2082	0,5	0,00499	661	596	1,741	1,694	0,469	0,471
2083	1	0,00995	638	572	1,741	1,687	0,471	0,473
2084	1,5	0,01489	591	558	1,743	1,679	0,482	0,484
2085	2	0,0198	567	543	1,741	1,684	0,479	0,477
2086	2,5	0,02469	575	535	1,74	1,684	0,477	0,481
2087	3	0,02956	540	518	1,732	1,677	0,474	0,472
2088	4	0,03922	498	496	1,725	1,678	0,466	0,465
2089	5	0,04879	490	493	1,725	1,673	0,463	0,462
2090	8	0,07696	437	436	1,709	1,661	0,454	0,454

Tabela 3.2 Propriedades magnéticas da série 2080-2090 (continuação)

Amostra	%def	Pcl L (W/kg)	Pcl T (W/kg)	Pan L (W/kg)	Pan T (W/kg)	Ph L (W/kg)	Ph T (W/kg)	P60Hz L (W/kg)	P60Hz T (W/kg)
2080	0	1,06832	1,059527	0,67168	0,650473	2,34	3,03	4,08	4,74
2082	0,5	0,998995	1,007534	0,511005	0,522466	4,31	4,46	5,82	5,99
2083	1	1,007534	1,016109	0,482466	0,533891	4,45	4,61	5,94	6,16
2084	1,5	1,055144	1,063919	0,444856	0,376081	4,64	4,81	6,14	6,25
2085	2	1,042051	1,033367	0,477949	0,526633	4,8	4,81	6,32	6,37
2086	2,5	1,033367	1,050771	0,476633	0,609229	4,88	4,88	6,39	6,54
2087	3	1,02041	1,011817	0,50959	0,548183	5	5,05	6,53	6,61
2088	4	0,986256	0,982028	0,453744	0,487972	5,32	5,34	6,76	6,81
2089	5	0,973598	0,969397	0,506402	0,510603	5,53	5,55	7,01	7,03
2090	8	0,936116	0,936116	0,433884	0,523884	6,24	6,23	7,61	7,69

Legenda para as tabelas 3.1 e 3.2: L = seção longitudinal em relação à direção de laminação; T = seção transversal em relação à direção de laminação; def.= deformação; Ph = Parcela histerética de perdas magnéticas; P 60Hz = Perdas

magnéticas totais a 60Hz; μ_{15} = permeabilidade magnética para indução $B=1,5T$; B_{50} = indução para campo H aplicado de $5000 A/m$; esp.=espessura; P_{cl} = Perdas calculadas por meio da expressão clássica $P_{cl} = \pi^2 (B_m e f)^2 / 6 \rho d$; (B_m =indução máxima; e =espessura; f =frequência; r =resistividade elétrica; d =densidade); P_{an} = Perdas anômalas.

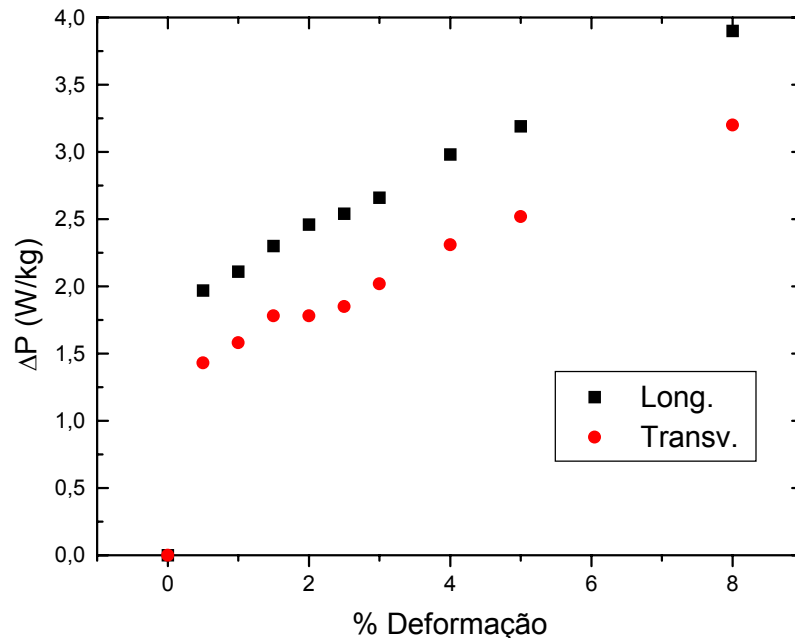


Figura 3.1. Aumento de perdas (ΔP) no componente histerético das perdas P_h em função da deformação.

3.2. Dados obtidos por Difração de raios-X

Tabela 3.3. Largura do pico à meia-altura (2θ) para a série de amostras estudadas

Amostra	%def	2θ		
		(110)	(200)	(211)
2080	0	0,165	0,306	0,400
2082	0,5	0,235	0,447	0,474
2083	1	0,267	0,400	0,450
2084	1,5	0,259	0,447	0,457
2087	3	0,264	0,432	0,490
2088	4	0,273	0,429	0,486
2089	5	0,267	0,424	0,476
2090	8	0,259	0,447	0,519

A comparação entre a figura 3.1. e Tabela 3.3. mostra que tanto as perdas histeréticas como a espessura do pico 2θ comportam-se de maneira semelhante em função da deformação. Basta uma pequena deformação (0,5%), que tanto as perdas como a espessura do pico aumentam significativamente. Após esse aumento significativo com muito pequena deformação, tanto a parcela histerética como a espessura de pico crescem mais lentamente e gradualmente com a deformação.

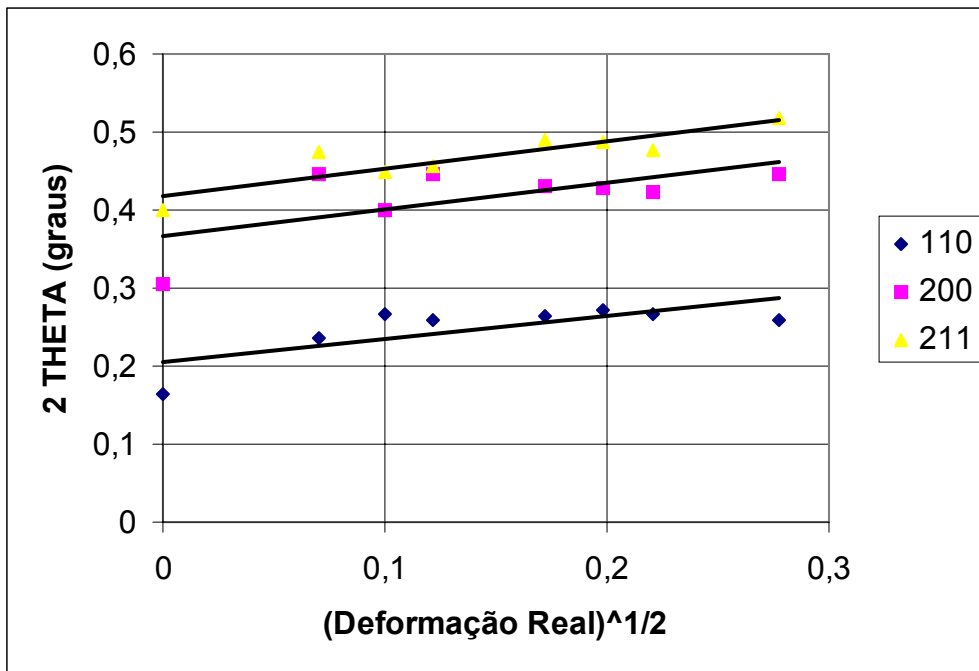


Figura 3.2. Largura do pico de Difração em função da raiz quadrada de deformação real ε

Os dados da Figura 3.2 mostram a existência de uma correlação do tipo largura do pico 2θ aproximadamente linearmente proporcional a $\varepsilon^{1/2}$, semelhante ao observado por RUSNAK; CULLITY (1969).

3.3 Teorias para estimar a energia armazenada na deformação

Existem diversas teorias para estimar a energia armazenada na deformação a partir de difração de raios-X, mas essas teorias não são usualmente consideradas muito satisfatórias, devido à existência de diversas simplificações e pressuposições. Este tema originou muita discussão nos anos 50 e 60 (sumarizado em BEVER et al. (1972)). O fato de estas teorias levarem a resultados usualmente de uma ordem de grandeza menores que aqueles obtidos com calorimetria levou os pesquisadores da área a olharem estas teorias com um certo ceticismo. Mais recentemente, GROMA (1998), BORBELY; DRIVER (2001), e BORBELY et al (2000) vêm aplicando um método que leva à correta ordem de magnitude, suscitando um novo interesse por essas teorias. Entretanto, o método de GROMA (1998) envolve a análise de Fourier dos picos de difração de raios-X, o que é trabalhoso e requer um software para fazer essa análise. Os métodos que serão discutidos a seguir são os de STIBITZ (1936) e o de HALL (1949), os quais permitem a estimativa diretamente a partir da largura do pico na metade da altura.

Definindo-se b como a espessura do pico de difração a meia altura (a qual é diretamente proporcional à área do pico) (GREENOUGH, 1952):

$$b^2 = b_{def}^2 - b_{rec}^2 \quad (3.1)$$

(caso o pico de difração segue uma distribuição Gaussiana $I=I_0 \exp(-k^2x^2)$)

$$b = b_{def} - b_{rec} \quad (3.2)$$

(se a distribuição for do tipo Cauchy $I=I_0/(1+k^2x^2)$)

onde b_{def} é a largura do pico medida com material no estado deformado e b_{rec} para o material recozido. Existe ainda um efeito do tamanho de partícula sobre o alargamento de pico:

$$b^2 = b_{disc}^2 + b_{grão}^2 \quad (\text{GAUSSIANA}) \quad (3.3)$$

$$b = b_{disc} + b_{grão} \quad (\text{CAUCHY}) \quad (3.4)$$

Ou seja, o alargamento b é causado por dois componentes, sendo que $b_{grão}$ é o alargamento relacionado a tamanho “efetivo” ou “aparente” de partícula (ou tamanho da célula de deformação) e o outro é o alargamento devido ao acúmulo de discordâncias no reticulado b_{disc} . Ocorre, na prática, que o formato dos picos de difração apresentam formato usualmente intermediário entre Gaussiana “pura” e Cauchy “pura”, sendo este um detalhe que dificulta a aplicação destas teorias.

A metodologia apropriada para separar-se os efeitos de alargamento de pico devido a tamanho “efetivo” de partícula $b_{grão}$ e devido ao encruamento b_{disc} é complexa e requer análise de Fourier (EVERY; HATHERLY (1974), WILLIAMSON, SMALLMAN (1954), HOFF; KITCHINGMAN (1966)). Todavia, convém ressaltar que para tamanho de partícula (ou célula) $> 0,1 \mu\text{m}$ (1000 \AA) esse efeito é normalmente considerado como desprezível (CULLITY, 1978).

3.3.1 Método de Stibitz

A equação de STIBITZ (1936), que foi deduzida originalmente supondo material isotrópico, permite estimar a energia armazenada W diretamente a partir do alargamento de pico de difração após a deformação plástica.

$$W = \frac{3}{2} \cdot E_{hkl} \cdot \frac{(\Delta d / d)^2}{1 + 2\nu^2} \quad (3.5)$$

onde E_{hkl} ou E_{uvw} , dado pela expressão 3.8, é o módulo de Elasticidade para a direção ortogonal ao plano hkl (ver figura 3.1), ν é o coeficiente de Poisson, e $\Delta d/d$ é dado pela expressão 3.7. Diferenciando-se a lei de Bragg ($n \lambda = 2 d \sin \theta$), obtemos $\partial d \cdot \sin \theta = -d \cdot \partial \theta \cdot \cos \theta$, de onde vem (θ é o ângulo de Bragg para cada reflexão, d é a distância interplanar, λ é o comprimento de onda, n é um número inteiro):

$$b = \Delta \theta = \frac{\Delta d}{d} \text{tg} \theta \quad (3.6)$$

$$\left(\frac{\Delta d}{d} \right)^2 = \frac{b^2}{\text{tg}^2 \theta} \quad (3.7)$$

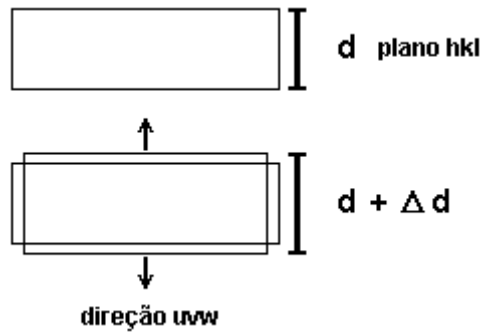


Figura 3.3. Ilustração de deformação em um plano hkl , resultando em alteração da distância interplanar d

$$\frac{1}{E_{hkl}} = s_{11} + (2s_{12} - 2s_{11} + s_{44})(\omega_1^2 \omega_2^2 + \omega_1^2 \omega_3^2 + \omega_2^2 \omega_3^2) \quad (3.8)$$

onde ω_1 , ω_2 e ω_3 são os cossenos diretores de cada orientação. Valores de submissão elástica s são apresentados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 Valores de submissão elástica s e rigidez elástica c para o ferro puro

s_{11}	s_{12}	s_{44}	c_{11}	c_{12}	c_{44}	Ref
7,57	-2,82	8,62	2,37	1,41	1,16	BOAS; MACKENZIE (1950)
8,0	-2,8	8,6	2,37	1,41	1,16	TEGART (1966)
7,56	-2,78	8,59	2,314	1,347	1,164	HOSFORD (1993)

s (TPa^{-1}); c (10^2 GPa)

No tocante ao coeficiente de Poisson, a maior parte dos metais situa-se dentro da faixa $0,25 < \nu < 0,45$. No caso do Fe – isotrópico - $\nu = 0,28$. Para cada orientação hkl existem diferentes ν e esses valores de ν_{hkl} variam, sendo diferentes para cada orientação cristalográfica situada dentro de um plano ortogonal à orientação hkl (HOSFORD, 1993).

3.3.2 Método de Hall

Caso a distribuição seja do tipo Cauchy “pura”, o método de HALL (1949) (que consiste em fazer um gráfico conforme a equação 3.9) pode ser empregado. Este método foi aplicado também por WILLIAMSON; HALL (1953) e MICHELL; HAIG (1956). A grande vantagem é que os efeitos de “tamanho aparente de partícula” e de tensão devida a discordâncias são imediatamente separados levando diretamente a uma estimativa da energia armazenada na deformação W (equação 3.10).

$$b \cos \theta = \frac{\lambda}{t} + \frac{2\sigma_{av} \sin \theta}{E_{hkl}} \quad (3.9)$$

$$W = \frac{3\sigma_{rms}}{2E}, \text{ com } \sigma_{rms} = \sigma_{av} / \sqrt{2\pi} \quad (3.10)$$

onde σ_{av} é a “tensão média” e σ_{rms} é a tensão média supondo que a distribuição de tensões segue uma Gaussiana (MICHELL, HAIG, 1956), t é o tamanho aparente de partícula e E é o valor médio do módulo de Young.

4 Comentários e Conclusões

Para o método de Stibitz ou o de Hall serem corretamente aplicados, é necessário saber qual tipo de distribuição é seguida pelo pico de difração (Cauchy ou Gaussiana ou ainda “mista”). Também é necessário separar corretamente os efeitos de “tamanho aparente de partícula” e de tensões causadas por discordâncias. A consequência é que estimativas diretamente a partir da largura do pico a meia altura são pouco confiáveis, sendo recomendado a análise de Fourier (HOFF; KITCHINGMAN, 1966), (MICHELL; HAIG, 1956) do pico de difração para obter resultados melhores.

Empregando-se a expressão $W = G |B|^2 \rho / 2$ (que é uma simplificação da equação 1.1) é possível obter uma estimativa da densidade de discordâncias. Ou seja, $W \propto \rho$. As equações 3.5 e 3.7 prevêm $W \propto b^2$. Assim, a grosso modo, espera-se por essa teoria $b \propto \rho^{1/2}$. Por outro lado, a figura 3.2 aponta $b \propto \varepsilon^{1/2}$. Desta forma, os resultados da figura 3.2 indicam que $\rho \propto \varepsilon$. Uma lei linear desse tipo é observada experimentalmente para pequenos graus de deformação (KEH; WEISSMANN, 1963), porém altos graus de deformação (ver BEVER et al., 1972) parecem indicar que $\rho^{1/2} \propto \varepsilon$.

Existe uma correlação entre largura do pico de difração e propriedades magnéticas. O alargamento do pico é grande, mesmo com mínimos graus de deformação, e depois tende a manter-se em um patamar onde nota-se um pequeno, mas contínuo, aumento. Propriedades magnéticas são, aparentemente, mais sensíveis à deformação aplicada do que o alargamento de pico por difração de raios-x.

Ainda não existe um modelo teórico detalhado correlacionando diretamente área da curva de histerese com densidade de discordâncias. Caso um modelo confiável venha a ser desenvolvido, supõe-se que medidas da área da curva de histerese se transformarão no método mais preciso para estimar energia armazenada na deformação. Um dos próximos objetivos é estabelecer uma correlação entre perdas histeréticas e energia armazenada, o que permitiria estimar a densidade de discordâncias diretamente a partir da medida de perdas, sem nenhum dado microestrutural. Esse é um dos rumos para a continuidade deste trabalho.

Agradecimentos

MF de Campos agradece: CAPES, FAPESP processo 01/09122-4; FAPESP processo 99/10796-8.

Referências

- BACROIX, B.; GERBER, P.; CASTELNAU, O.. In Proc. of 1st Joint. Int. Conf. On Recrystallization and Grain Growth, Eds. G. Gottstein and D.A. Molodov, Springer-Verlag, 2001, p. 623-633.
- BEVER, M. B.; HOLT, D.L.; TITCHENER, A.L.. Prog. Mat. Sci., vol. 17, p. 1-177, 1973.
- BOAS, W.; MACKENZIE, J. K.. Prog. Metal Physics, vol. 2, p. 90-120, 1950.

- BORBELY, A.; DRIVER, J.H.; UNGÁR, T.. Acta Mater., vol. 48, p. 2005-2016, 2000.
- BORBELY, A.; DRIVER, J.H.. In Proc. of 1st Joint. Int. Conf. On Recrystallization and Grain Growth, Eds. G. Gottstein and D.A. Molodov, Springer-Verlag, 2001, p. 635-644.
- CAMPOS M. F. de; Microestrutura, textura e propriedades magnéticas em aços elétricos. Tese de Doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, fevereiro de 2000.
- CULLITY, B. D. Elements of x-ray diffraction. 2. ed. Addison-Wesley, Massachusetts, Reading, 1978.
- EVERY, R. L.; HATHERLY, M.. Texture, v. 1, p. 183-194, 1974.
- GREENOUGH, G.B.. Prog. Metal Physics, vol. 4, p. 176-219, 1952.
- GROMA I.. Phys. Rev. B, v. 57, p. 7535-7542, 1998.
- HALL, W. H.. Proc. Phys. Soc. A, vol. 62, p. 741-743, 1949.
- HOFF, W. D.; KITCHINGMAN, W. J.. J. Sci. Instrum., vol. 43, p. 654-655, 1966.
- HOSFORD, W. F. The mechanics of crystals and textured polycrystals. New York, Oxford University Press, 1993.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. U.K., Pergamon, 1996.
- KALLEND, J.S.; HUANG, Y.C.. Metal Sci., v. 18, p. 381-385, 1984.
- KEH, A.S. E WEISSMANN, S.. In Electron Microscopy and Strength of Crystals, Ed. G.Thomas e J. Washburn, Interscience Pub, 1963, p. 231-300.
- MICHELL, F.; HAIG, F.D.. Phil. Mag., v. 2, p. 15-32, 1956.
- RAJMOHAN, N.; HAYAKAWA, Y.; SZPUNAR, J.A. ; ROOT, J.H.. Acta Mater., vol. 45, p. 2485-2494, 1997.
- RAJMOHAN, N.; HAYAKAWA, Y.; SZPUNAR, J.A. ; ROOT, J.H.. Physica B, v. 241-243, p. 1225-1227, 1998.
- RUSNAK, R.M.; CULLITY, B. D.. J. Appl. Phys., v. 40, p. 1581-1582, 1969.
- STIBITZ, G.R.. Phys. Rev., v. 49, p. 862-863, 1936.
- TEGART, W.J.M. Elements of Mechanical metallurgy, New York MacMillan, 1966.
- WILLIAMSON, G.K.; HALL, W. H.. Acta Met., vol. 1, p. 22-31, 1953.
- WILLIAMSON, G.K.; SMALLMAN, R. E.. Acta Cryst., v. 7, p. 574-581, 1954.

CORRELATION BETWEEN STORED ENERGY IN THE DEFORMATION AND MAGNETIC MEASUREMENTS¹

Marcos Flávio de Campos²
Ivan Gilberto Sandoval Falleiros³
Fernando José Gomes Landgraf⁴

ABSTRACT

An electrical steel was submitted to plastic deformation of 0 to 8%, and a correlation between magnetic properties and X-ray diffraction data was found. There is a relationship of the type thickness of peak proportional to the square root of the true deformation. Both, the hysteresis losses component and the thickness of X-ray diffraction peak have similar behavior as function of the deformation. A very small deformation (0.5%) is able to produce significant increase of losses and thickness of peak. After this large increase, which occurs with small deformation, both the hysteresis component and the peak thickness increase slowly and gradually with the deformation. It was discussed how the X-ray diffraction data can be used to estimate the stored energy due the deformation through the theories by Hall and Stibitz, which relate thickness of X-ray diffraction peak with stored energy in the deformation. The results suggest the possibility of establishing a correlation between hysteresis losses component and stored energy, allowing the estimation of dislocations density directly from losses measurement, without the need of any microstructural data.

Keywords: electrical steels, losses, deformation

e_mail: mfdcampo@uol.com.br or mcampos@metal.eeimvr.uff.br

1) Article submitted to the 59^o Congresso Anual da ABM, July, 19-22, 2004, São Paulo SP

2) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia Industrial metalúrgica de Volta Redonda – Universidade Federal Fluminense, Av. dos Trabalhadores 420, Vila Santa Cecília, cep 27255-125, Volta Redonda, RJ

3) Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes, 2463, cep 05508-900, São Paulo SP

4) Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo