

COMPORTAMENTO À FLEXÃO DO AÇO AISI L6 PARA MOLDES APÓS MAQUINAGEM DE ACABAMENTO POR ELECTROEROSÃO

M. Melo, P. Vassalo, M. Santos

Instituto de Materiais e Tecnologias de Produção, INETI, Estrada do Paço do Lumiar, 1600 Lisboa



RESUMO

A maquinagem de aços para moldes por electroerosão com fio ou por penetração desenvolve instantaneamente altas temperaturas à superfície, que induzem alterações e modificações das características metalúrgicas e mecânicas da superfície do material. Atendendo às condições na maquinagem de acabamento, os resultados da avaliação da superfície, como sejam o conhecimento da rugosidade, o aspecto irregular do seu acabamento, a camada superficial obtida após solidificação rápida e as modificações da microestrutura na superfície e camadas adjacentes, correspondem a aspectos influentes na modificação das características do material. O estudo procura avaliar o efeito provocado pela maquinagem do aço AISI L6 nas alterações microestruturais e na integridade da superfície, através da determinação do mecanismo de fractura à flexão.

INTRODUÇÃO

A maquinagem por electroerosão de aços para a indústria de moldes é uma tecnologia em desenvolvimento, apresentando problemas de controlo do processo e do estado de acabamento das peças. Utiliza meios avançados de produção industrial, nas fases de preparação, programação, corte e acabamento.

Este processo de maquinagem permite o corte de materiais com elevada dureza (>600 HB), como os aços tratados termicamente ou os metais duros, materiais que, pelas suas características metalúrgicas apresentam dificuldades de corte pelos meios convencionais.

A maquinagem de aços por electroerosão permite ainda explorar o processo de obtenção de um acabamento final das peças, com um menor número de etapas e de processos, com redução de custos de

produção e exigindo uma optimização da mão-de-obra e mais qualificada. No produto acabado melhora a precisão da forma, reduz a tolerância dimensional e diminui o número de rejeições.

O processo tecnológico de corte de peças em aço por electroerosão introduz alterações metalúrgicas nas camadas adjacentes à superfície, visto que a tecnologia utilizada envolve a fusão instantânea do material à superfície, a sua remoção e o brusco arrefecimento do material remanescente. Estas modificações das características microestruturais dão-se em profundidade no material, dependendo das características do aço e das condições de maquinagem.

A camada superficial gerada após o arrefecimento rápido corresponde à

chamada camada branca, devido à sua não reacção aos ataques químicos correntes.

Esta modificação metalúrgica das camadas superficiais influencia o desempenho das superfícies maquinadas, devido a se ter produzido uma camada superficial frágil, gerado tensões residuais, formado fissuras heterogêneas à superfície e existência de material sobresolidificado, com estrutura ainda desconhecida e forma irregular.

Os estudos conhecidos sobre o efeito da maquinagem de electroerosão na integridade da superfície centraram-se na avaliação química e microestrutural da camada branca, no conhecimento da rugosidade da superfície e da variação da dureza em profundidade [01], pelo que este trabalho procura desenvolver o processo de avaliação do comportamento mecânico do aço AISI L6 para moldes após maquinagem por electroerosão, considerando as condicionantes estruturais acima referidas.

A maquinagem por electroerosão foi realizada em regime de corte de desbaste em electroerosão com fio e de acabamento por penetração [02], tendo como meta a obtenção de uma rugosidade final do molde próxima de $R_a = 0,15 \mu\text{m}$.

A avaliação compreendeu a aplicação de ensaios estáticos de flexão em três pontos, de modo a permitir a avaliação do efeito da camada branca e camadas adjacentes, na formação e crescimento de microfissuras, na variação da resistência mecânica e no modo de fractura.

TRABALHO EXPERIMENTAL E RESULTADOS

Material

O aço seleccionado para caracterização mecânica após maquinagem por electroerosão foi um aço-ferramenta, com grande aplicação no fabrico de moldes para injeção de plástico, com o nome comercial GRANE-RL 219, fornecido pela

empresa F. RAMADA, nos estados de recozido e de têmperado e revenido.

O aço é do tipo níquel- crómio- molibdénio, especificado como AISI L6 (USA) ou DIN50NiCr13 (D), destacando-se na composição a percentagem de carbono ($C=0.55\%$), níquel ($Ni=3\%$) e crómio ($Cr=1\%$) (Tabela 1).

Tabela 1- Composição química

| %C | %Si | %Mn | %Cr | %Ni | %Mo |
|------|------|------|------|------|------|
| 0.55 | 0.30 | 0.50 | 1.00 | 3.00 | 0.30 |

O aço, que identificaremos no trabalho como AISI L6, apresenta características consideradas excelentes para o fabrico de moldes para injeção a quente, resultantes da elevada percentagem de níquel na sua composição química. Este elemento da composição promove boas características de tenacidade, resistência à deformação e uma redução na formação de fissuras; melhora a temperabilidade; aumenta a dureza; uniformiza a microestrutura [03] e fornece boa estabilidade dimensional [04].

A elevada dureza do material temperado e revenido (Tabela 2) associada à boa tenacidade, confere ao aço AISI L6 uma boa maquinabilidade, elevado grau de polimento, baixa rugosidade e boa resistência ao desgaste do molde, durante as fases de injeção do plástico e de extracção das peças [04].

Tabela 2- Dureza

| TRATAMENTO TÉRMICO | DUREZA PREVISTA | DUREZA MEDIDA |
|--------------------|-----------------|-----------------|
| Recozimento | 230 HB [04] | 234 HV (equiv.) |
| Têmpera e Revenido | 54 HRC [04] | 56.9 HRC |

Maquinagem

O corte dos provetes para ensaio mecânico foram realizados em máquinas de electroerosão da marca CHARMILLES TECHNOLOGIES, de fio do tipo ROBOFIL 310 e de penetração do tipo ROBOFORM 2000 [02].

Para o corte por electroerosão com fio foi seleccionado o fio de latão e o regime de desbaste. Todas as amostras foram cortadas por electroerosão com fio e em seguida, algumas foram acabadas por electroerosão de penetração, com electrodo em cobre electrolítico.

Foi seleccionada uma sequência contínua de corte por electroerosão, processo corrente industrialmente, que, partindo do corte em regime de desbaste, atinge o regime E0 correspondente à menor rugosidade e ao melhor acabamento da superfície. Os factores mais importantes dos Regimes de corte seleccionados são a Intensidade da Corrente (A) e o Tempo de Descarga (μ s) [02], cujos indicadores dos parâmetros-máquina se apresentam na Tabela 3.

Tabela 3- Regimes de corte de electroerosão por penetração

| | | | | | | | |
|---|------|------|------|------|------|------|------|
| R | E312 | E293 | E282 | E271 | E250 | E240 | E220 |
| I | 7 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 3 |
| T | 7 | 7 | 6 | 5 | 4 | 3 | 4 |
| R | E200 | E180 | E140 | E100 | E80 | E0 | E220 |
| I | 2 | 1 | 0 | 0 | 1 | 1 | 3 |
| T | 3 | 3 | 2 | 1 | 3 | 3 | 4 |

A maquinagem de electroerosão por penetração do aço, desde o regime de desbaste E312 até ao regime de acabamento final E0, permitiu a obtenção de um polimento próximo do espelhado.

A observação em lupa estereoscópica WILD permitiu identificar uma superfície irregular (Fig. 1) e diversas fissuras, aparentemente do tipo frágil e sem orientação preferencial na sua formação.

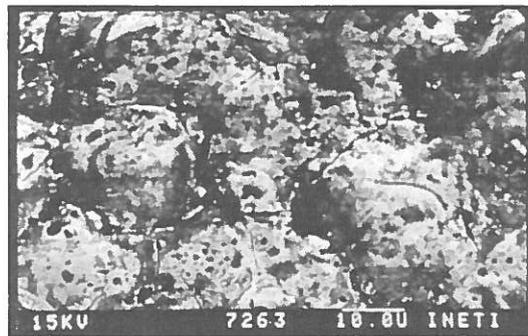


Fig. 1: Aspecto da superfície do aço AISI L6 maquinada por electroerosão por penetração.

Rugosidade

A rugosidade, como indicador de qualidade do acabamento, foi obtido através da medição na superfície maquinada. A medição foi realizada com um rugosímetro PERTHEN, a média estabelecida para 10 medições mínimas em duas direcções perpendiculares.

Os valores das rugosidades médias da superfície maquinada por electroerosão com fio foi de $R_a = 3.69 \mu\text{m}$ e por penetração de $R_a = 0.11 \mu\text{m}$.

Metalografia

Após a maquinagem por electroerosão, retiraram-se amostras para preparação metalográfica, cortadas transversalmente ao plano da superfície. Após acabamento e polimento foram contrastadas com uma mistura de nital a 2% e picral, sendo a sua observação realizada em microscópios ópticos REICHERT e ZEISS e electrónico de varrimento JEOL- JSM CF 35.

A microestrutura do aço AISI L6 no estado de recozido era formada por ferrite e perlite lamelar (Fig. 2a) e no estado de temperado e revenido era formada por uma microestrutura de martensite revenida (Fig. 2b).

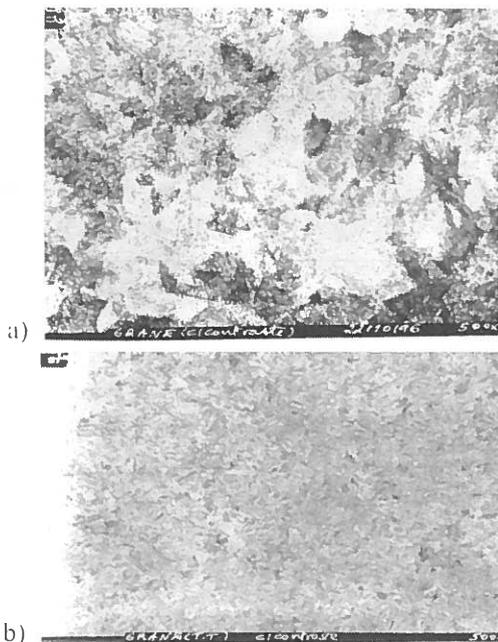


Fig. 2: Microestrutura do aço AISI L6 (ampl. 500x, contr. nital 2%): a) estado de recozido-perlite e ferrite lamelar; b) estado de temperado-martensite revenida.

As observações permitiram distinguir uma camada à superfície, que após ataque químico de contrastação se mostrava branca, passando-se a designar por camada branca.

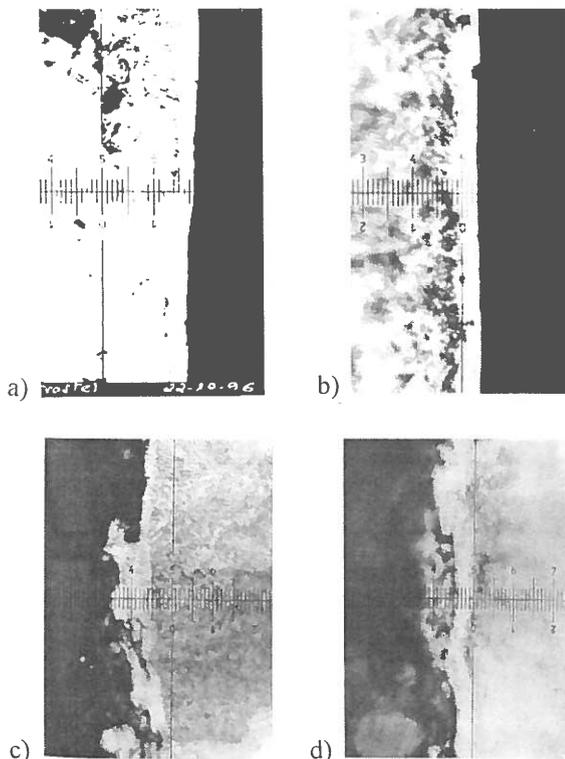


Fig. 3: Espessura e perfil da camada branca obtida por electroerosão (ampl. 1000x, contr. nital 2%). Electroerosão por penetração: a) aço recozido; b) aço temperado. Electroerosão com fio:

c) aço recozido; d) aço temperado.

O aço nos estados de recozido (Fig. 3a) e temperado (Fig. 3b) apresentaram uma camada branca idêntica, após maquinagem por electroerosão por penetração, com uma distribuição regular e uniforme, pequena espessura (2-3 μ m) e algumas fissuras do tipo frágil, perpendiculares à superfície.

A maquinagem por electroerosão com fio de latão gerou uma camada branca bastante irregular (0-10 μ m), tanto no aço recozido (Fig. 3c), como no temperado e revenido (Fig. 3d), irregularidades essas que correspondem à elevada rugosidade medida (Tabela 4).

Mecanismo de fractura

O mecanismo de fractura do aço AISI L6 foi determinado a partir da realização de ensaios de flexão em três pontos, em condições de baixa velocidade, de modo a permitir determinar o valor de resistência à ruptura transversa e identificar o modo de nucleação e crescimento das fissuras responsáveis pela fractura.

O aço, no estado de tratado por têmpera e revenido, foi maquinado com uma secção rectangular 2 x 4mm e faces paralelas [05], de acordo com a norma ASTM A 370-77 [06]. O ensaio de flexão realizou-se numa máquina de ensaios universal INSTRON, classe 1, com velocidades de 0.1 e 1.0 mm/min, de acordo com a norma AISI/ASTM B528-76 [07].

A preparação dos provetes para ensaio de flexão, foi realizada de modo a reproduzir no plano da face à tracção os efeitos do acabamento produzidos pela maquinagem por electroerosão com fio e por penetração.

Alguns provetes foram preparados com acabamento metalográfico para eliminar qualquer defeito devido ou produzido pela maquinagem.

O cálculo da resistência à ruptura transversa foi baseado na equação Eq.1 para ensaios de flexão em três pontos, considerando a deformação e fractura no domínio elástico, de acordo com as normas AISI/ASTM B528-76 [07] e MTL TR 87-35 [08].:

$$S = 3 P L / 2 w t^2 \quad (\text{Eq. 1})$$

sendo S a resistência à ruptura transversa, P a carga de flexão, L a distância entre apoios, w a largura da base do provete e t a altura da secção resistente.

Se se considerar que a fractura ocorre com o material no domínio elástico-plástico, a expressão de cálculo tomaria a forma descrita na equação Eq. 2 [09]:

$$S_b = 6 M / K w t^2 \quad (\text{Eq. 2})$$

sendo S_b a resistência à flexão elástico-plástica, M o momento flector na secção transversal média e K uma variável, definida pela expressão seguinte, como uma função da altura do t e da distância d da face de tensões de tracção máximas ao plano neutro [09]:

$$K = [1 + (2 d / t) (1 - d / t)] \quad (\text{Eq. 3})$$

A resistência mecânica do aço AISI L6 à flexão em três pontos, realizada com uma velocidade de deslocamento do travessão de 0.1 mm/min, para diferentes processos de acabamento, forneceu os resultados apresentados na Tabela 4, parecendo haver um efeito de redução da resistência máxima para os provetes maquinados por electroerosão por penetração.

Tabela 4: Resistência à flexão.

| | Electroer. com fio | Electroer. por penetração | Acabam. Metalográf. |
|------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|
| Ra | 3.69 μm | 0.11 μm | 0.17 μm |
| Eq.1 | 5264 Mpa ± 158 (3%) | 5229 Mpa ± 119 (3%) | 5264Mpa ± 422 (8%) |
| Eq.2 | 3509 MPa | 3486 MPa | 3509 Mpa |

Comparando os resultados para duas velocidades de ensaio e maquinagem por

electroerosão com fio, os resultados apresentados na Tabela 5 parecem indiciar um aumento de resistência com o aumento da velocidade.

Tabela 5: Resistência à flexão de aço

| Velocidade do Travessão | Resistência pela Eq. 1 | Resistência pela Eq. 2 |
|-------------------------|----------------------------|------------------------|
| 1.0 mm/mim | 5362 MPa ± 378 MPa | 3575 Mpa |
| 0.1 mm/min | 5264 MPa ± 158 (3%) | 3509 MPa |

O estudo do mecanismo de fractura do aço, através da observação das superfícies de fractura dos provetes ensaiados, permitiu a identificação das zonas de início da fractura: no canto do provete (Fig. 4a) e na face de tensões máximas (Figs. 4b e 4c).

A iniciação deu-se, para a maioria dos provetes, junto ao plano da face de tensões de tracção máximas no provete à flexão. A propagação desenvolveu-se para o interior do provete, preferencialmente segundo a direcção do plano transversal correspondente ao momento flector máximo.

A superfície de fractura mudou a direcção de propagação próximo dos limites da camada branca e da secção do provete, tomando uma direcção próximo de 45°.

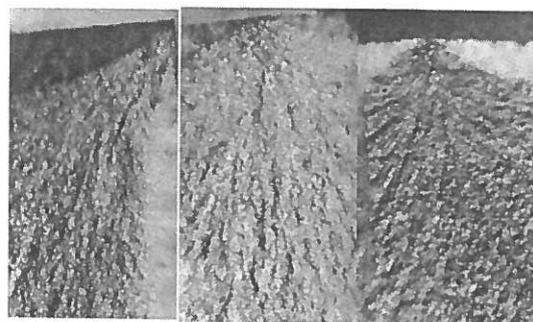


Fig. 4: Superfície de fractura e localização da iniciação de fractura no aço AISI L6. a) canto; b) face à tracção; c) subcamada.

A iniciação da fractura na camada branca (Fig. 5a) parece ter ficado a dever-se a algumas pré-fissuras existentes e defeitos de superfície, mas principalmente à

característica de fragilidade da sua estrutura.

Na zona termicamente afectada (Fig. 5b) foi identificada uma superfície de fractura com características de heterogeneidade da microestrutura. Este aspecto caracterizava diversos aspectos de fractura do material, como ductilidade, fragilidade intergranular e transgranular.

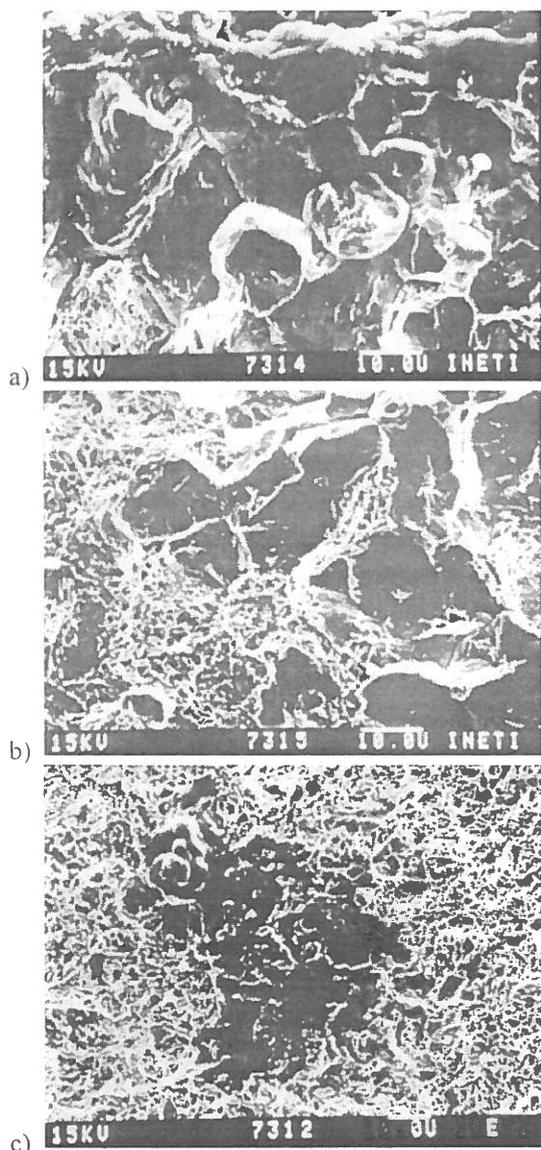


Fig. 5: Microfractografias de superfícies de fractura de provetes de flexão do aço AISI L6: a) Início da fractura junto à camada branca, com aspecto de fractura frágil; b) Zona de propagação, com aspecto de fractura mista ductil e frágil (100 μm de profundidade); c) Iniciação numa inclusão no material (ver Fig. 4c).

Foram também identificadas zonas de iniciação da fractura em sub-camadas, na zona térmicamente afectada, resultante

da existência de inclusões de Ca e K (Fig. 5c), tendo-se utilizado um espectrómetro de energias dispersivas acoplado a um microscópio electrónico de varrimento.

Iniciou-se a fissuração em microfissuras formadas durante o ensaio de flexão, por acção das tensões de tracção e perpendiculares à sua direcção, crescendo no mesmo sentido ou contornando as reentrâncias formadas pelas descargas eléctricas (Fig. 6a). A orientação da linha de fractura no plano de tensões de tracção máximas deu-se segundo direcções angulares entre 30-35° de inclinação (Fig. 6b).

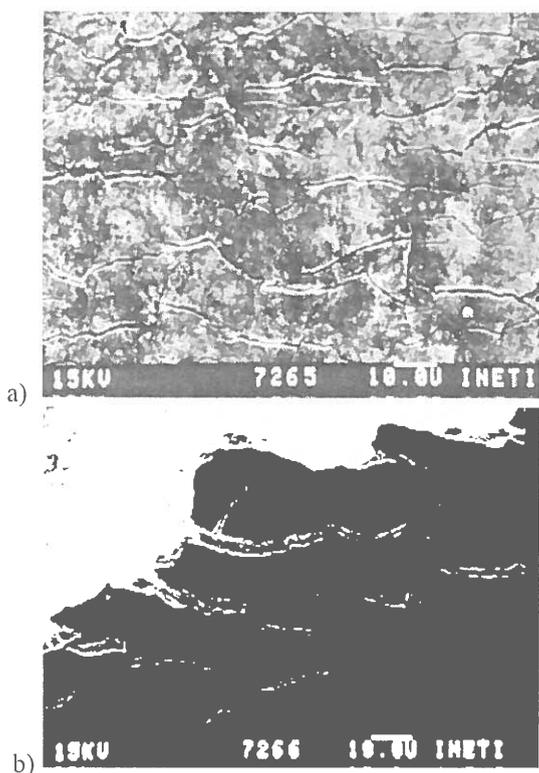
DISCUSSÃO

A maior ou menor influência induzida na modificação, alteração ou integridade da superfície por efeito da maquinagem por electroerosão depende fundamentalmente do tipo e das condições de maquinagem seleccionadas e, das características do material maquinado.

A avaliação traduziu-se no conhecimento da rugosidade, aspecto visual da superfície maquinada, da forma da microestrutura e da pré-fissuração existente. Estes quatro aspectos são o resultado imediato das alterações sofridas pela superfície maquinada e respondem às condições de corte, de tensão eléctrica, intensidade da corrente, tempos de descarga e manutenção e condições de arrefecimento durante a maquinagem.

Observando o mecanismo de execução do processo de corte por electroerosão verifica-se que a maquinagem está dependente de uma fusão instantânea do material à superfície e do arrefecimento brusco da mesma. O aquecimento e o arrefecimento produzem a fusão e a solidificação rápida do material à superfície, formando uma camada branca de material constituído pelos elementos constituintes do aço e por carbono

difundido do material e proveniente do dielétrico.



Figs. 6: Microfissuração na superfície maquinada de um provete de flexão, após ensaio de flexão.

A camada branca é obtida a partir da fusão do material à superfície e da solidificação rápida, em forma cristalina. É provavelmente constituída por uma microestrutura formada por carbonetos de ferro e elemento de liga do material, martensite e austenite residual.

A camada branca apresenta um característica bastante particular, que é o de resistir à contrastação química por meio de reagentes adequados a estes aços, por isso se chamando de camada branca. Aparentemente, parece ser formada por uma camada solidificada orientada da superfície exterior para o interior, do material, podendo ser formada por multicamadas dendríticas.

A forma rugosa da camada branca, proveniente do processo de fusão e do movimento do metal líquido durante o processo de corte, é tanto maior quanto maior for o volume de material fundido e

quanto maior for a energia térmica e cinética do material fundido. Assim, se tomarmos o processo de corte de maquinagem por electroerosão com fio, em regime de desbaste, como sendo um processo que origina elevada carga térmica e elevada dinâmica da massa fundida, verifica-se a formação de uma camada branca de espessura irregular (0-10 μm) e uma rugosidade elevada (3.69 μm).

Comparando os resultados do ensaio de flexão parece que, a resistência mecânica do aço AISI L6 não é afectada pela rugosidade, visto que os valores médios dos provetes de ensaio, maquinados por electroerosão de penetração e os polidos metalográficamente, deram idênticos resultados.

Observando os valores obtidos, utilizando a condição de elasticidade do processo de ruptura por flexão, são valores de valor exagerado, não susceptíveis de validação, que não seja o de uma comparação. O cálculo, considerando o comportamento elástico/plástico do material, cujo factor é função da localização da fibra em deformação plástica relativamente à fibra neutra, permitiu obter valores, mais ajustados à resistência do material. Há que avaliar o efeito das tensões residuais nos valores obtidos e no modelo de fractura.

A menor rugosidade do aço AISI L6 obtida em electroerosão por penetração (0,11 μm), para uma espessura uniforme (2-3 μm), parece não corresponder a uma melhoria da resistência mecânica, por diminuição dos defeitos de superfície, mas poder-se-á entender como um pequeno aumento da tenacidade do material.

Parece pois, que a rugosidade e a pré-microfissuração da camada branca apresentam menor influência na resistência mecânica à flexão em três pontos, do que poderia ser suposto obter

por observação dos diversos tipos de fractura na zona térmicamente afectada, gerada pela difusão térmica para o interior do material (15-50 μm de profundidade) durante o processo de electroerosão.

A avaliação da superfície de fractura dos provetes permitiu indiciar uma iniciação, baseada numa fissuração frágil da camada branca e num mecanismo de fractura frágil/ dúctil na zona térmicamente afectada. Esta zona térmicamente afectada, responsável por uma fissuração e fractura heterogénea está provavelmente associada a uma modificação microestrutural do material base do provete maquinado, originando fissurações do tipo frágil transgranular e intergranular e dúctil.

A iniciação da fractura dos provetes deu-se em pontos distintos, em qualquer deles dependentes da característica frágil da zona onde se situou. Avaliando em pormenor cada um dos casos teremos duas das situações a processarem-se por associação a efeitos alheios ao processo de maquinagem:

- 1) a iniciação originada nos cantos do provete associa o factor concentrador de tensões e a fragilidade da microestrutura à superfície;
- 2) a iniciação na subcamada do material, associa um defeito do material e uma microestrutura heterogénea.

A terceira situação de fractura, iniciada próximo da face de tensões máximas e gerada nas camadas superficiais térmicamente afectadas, parece ter-se ficado a dever à fragilidade e heterogeneidade da microestrutura. Observou-se que o aço AISI L6 sofreu uma alteração microestrutural em profundidade, cuja identificação ainda não se completou em termos de composição, estrutura, dureza e espessura, mas cujo modo complexo de iniciação de fractura, indicia uma alteração

metalúrgica significativa nas subcamadas relativamente próximas da superfície.

A propagação da fractura deu-se, em todos os casos segundo o plano correspondente ao momento flector máximo à flexão em três pontos, com propagação instantânea e fractura do tipo dúctil, propagação ajustada a um aço com uma microestrutura de martensite revenida e características de alguma tenacidade.

O mecanismo de fractura do aço AISI L6 é caracterizado pela modificação da microestrutura da superfície da peça maquinada, cuja origem se deve à maquinagem por processos de descarga eléctrica entre electrodos e peça metálica, geradores de elevada energia térmica. O aquecimento rápido e a conseqüente fusão da superfície, o amaciamento das subcamadas por difusão da temperatura, a solidificação rápida da camada superficial e o arrefecimento e têmpera das camadas adjacentes, induzem na pequena espessura do material afectado uma modificação microestrutural complexa, responsável pela nucleação de microfissuras frágeis, transgranulares e intergranulares, e crescimento numa zona mista de fractura frágil/ dúctil. Esta iniciação ocorre por nucleação de microfissuras na face tensões máximas dos provetes, orientadas segundo planos perpendiculares à direcção das tensões, não associadas às pré-microfissuras existentes.

CONCLUSÕES

A maquinagem de acabamento de superfícies do aço AISI L6 por meio de electroerosão induz a formação por solidificação rápida de uma camada superficial, cujo conhecimento mais aprofundado da variação microestrutural em profundidade e permitirá identificar o modelo estrutural e a distribuição de tensões residuais.

Salientam-se contudo as seguintes conclusões e que permitiram estabelecer uma avaliação do mecanismo de fractura:

- Influência do tipo de maquinagem por electroerosão na resistência mecânica do aço AISI L6.
- Alguma influência da velocidade de deformação na resistência mecânica.
- Microfissuração da camada branca superficial após maquinagem não responsável pela formação das microfissuras críticas de fractura.
- Formação de microfissuras na camada branca durante o ensaio devido à fragilidade da microestrutura da referida camada.
- Mecanismo complexo de iniciação da fractura por flexão do aço AISI L6, numa forma mista de dúctil e frágil intergranular e transgranular.

REFERÊNCIAS

- [01] L. C. Lim, L. C. Lee, Y. S. Wong and H. H. Lu, "Solidification Microstructure of Electrodischarge Machined Surfaces of Tool Steels", Mater. Scien. Techn., Vol. 7 (239-248), March 1991.
- [02] R. Mesquita, P. Vassalo, M. Santos e J. Faustino, "Efeito da Composição Química e da Microestrutura dos Aços no Acabamento Superficial por Electroerosão por Penetração", Relatório de Progresso, Jan-Dez 95, do Projecto TAVAC, 1996.
- [03] Pinto Soares, "Aços-Characterísticas, Tratamentos", 2ª Ed., Ambar, Porto, 1975.
- [04] Documento técnico "RAMADA, Dados Técnicos, Aços GRANE", Ovar.
- [05] M. Santos, "Efeito das Variáveis de Processamento no Comportamento Mecânico e ao Corte de um Aço Rápido AISI T15 Sinterizado", Tese para as provas de Investigador Auxiliar, LNETI, Lisboa, Julho, 1991.
- [06] ASTM A 370-77, "Mechanical Testing of Steel Products", Part 10, 1981.
- [07] AISI/ASTM B 528-76, "Transverse Rupture Strength of Sintered Metal Powder Specimens", Part 9, 1980.
- [08] F. I. Baratta, W. T. Matthews and G. D. Quinn, "Errors Associated With Flexure Testing of Brittle Materials, MTL TR 87-35, Materials Technology Laboratory (MTL), U.S. Army Materials Technology, Massachusetts, USA, July 1987.
- [09] C. M. Branco, "Mecânica da Fractura", Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1985.

AGRADECIMENTOS

Programa PRAXIS XXI pelo apoio financeiro no âmbito do Projecto 2/2.1/TPAR/1799/95.

F. RAMADA na pessoa do Dr. Amadeu de Sousa apoio e fornecimento de materiais.

ITEC/CETAP na pessoa do Prof. Doutor Rui Batista pelo trabalho desenvolvido na maquinagem por electroerosão.

INETIIMP na pessoa do Prof. Doutor Ruy Mesquita, pela orientação científica e apoio tecnológico.

IST/DE Materiais na pessoa do Prof. Doutor Guerra Rosa pela orientação do mestrando Mário Melo.

IMP/LCM na pessoa do Eng. João Faustino, pelo trabalho desenvolvido pelos seus colaboradores na realização de diversas tarefas (Enga. Lia Soares e Paula Coelho- metalografia e microcopia; Teresa Magalhães- difracção de raios-X; Augusto Geraldès- microscopia electrónica; Paulino Verdasca-macrodureza).

