

O Caminho Para O Damasco

Trabalho de Formatura Apresentado
à Escola Politécnica da Universidade
de São Paulo

Programa de Graduação do
Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais da Escola
Politécnica da USP

Orientador: Prof. Dr. Hélio
Goldenstein

SÃO PAULO
2019

FICHA CATALOGRÁFICA

Vassoler, André Yuri

**Aço de Damasco Wootz x Caldeado / Vassoler, A. Y.
São Paulo, 2017. Número de páginas p.**

**Trabalho de Formatura – Escola Politécnica da USP –
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de
Materiais.**

1. Aço Damasco 2. Wootz 3. Aço UHC

*“Zillah bore Tubal-cain; he was a forger of all [cutting] instruments of
bronze and iron.”*

Genesis 4:22a (AMPC)

Agradecimentos

Quero marcar meus agradecimentos primeiramente a Deus que nos deu os elementos para criar, descobrir e fabricar obras incríveis, ao meu orientador Prof. Hélio Goldenstein que me inspirou com sua paixão por metalurgia, fonte de conhecimento que não parece se esgotar e como uma plataforma para poder concluir o trabalho e entender que a ciência também é uma arte e história que merece ser contada e também ao Prof. Fernando Landgraf pelo interesse e questionamentos dos processos históricos. Agradeço também à Escola Politécnica por todo conhecimento, equipamentos e laboratórios a minha disposição, ao Rubens por me ajudar a fazer o queimador para o forno.

Toda a minha família é muito importante por acreditar em mim, me apoiar na fabricação de fornos a gás de alta temperatura, meu pai por sem empolgar com a habilidade de fundir e forjar metais, minha mãe por se preocupar com a minha segurança, minha namorada por me incentivar a continuar e se interessar por micrografias e uma ciência desconhecida a ela.

Resumo

O trabalho explora os métodos e desafios da produção e reprodução do aço de damasco, tanto caldeado como o wootz feito em cadinho, tomando composições e microestrutura de aços antigos como base e utilizando técnicas mais modernas para determinar os fatores essenciais para que se alcance o produto semelhante ao historicamente encontrado.

Em cadinho de alumina são feitos 5 experimentos com ferro em pó, grafite em pó e em alguns pouca quantidade de ferroliga com Cromo e Vanádio, sendo que todos esses são feitos em temperatura abaixo da liquidus, e uma sexta amostra feita com aço em barra em grafite em pó em cadinho de grafite/argila em estado líquido, onde todas são estudadas no estado bruto ao sair do forno e após o processo de forjamento, mostrando a evolução da microestrutura bruta com matriz Perlítica e cementita acicular para uma matriz Perlítica/ferrítica e cementita esferoidizada, onde durante o processo de forjamento e evolução da microestrutura o matéria entra em um regime superplástico que auxilia na conformação. O experimento de produção do damasco caldeado mostra importância da prática e habilidade para o sucesso do caldeamento, após a formação de uma barra sólida o damasco caldeado pode ser trabalhado e manipulado para gerar belos padrões e boas ferramentas pela natureza do compósito que garante grande tenacidade e dureza pelo uso de diferentes aços.

Na tentativa de produção de wootz o padrão damasceno não foi atingido, apesar de sua microestrutura se assemelhar com o esperado, mesmo sem o padrão macroscópico, obter-se um aço de ultra alto carbono conformável com carbonetos esferoidizados é algo possível.

Abstract

This work explore the methods and challenges of the reproduction of damascus steel, both forge welded steel and wootz crucible steel, taking microstructures and chemical composition of ancient steel as basis and using modern techniques to determine the essential factors to reach a similar product of the ones found in history.

In a alumina crucible 5 experiments where made using, iron powder, grafite powder and ferroalloy with Chrome and Vandium, all bellow the liquidus temperature, a sixth sample was made with steel bar and grafite powder in a clay/graphite crucible reaching liquid state, all of the samples were studied as cast and as forged, showing the Evolution from the cast microstructure of acicular Cementite in a Perlite matrix to a spheroidal Cementite in a Ferrite/Perlite matrix, and during the forging process and microstructure Evolution the billet gets into a superplastic state, aiding in the forging. The forge welded damascus experiment details the need for experience and skill to the forge welding success, after the billet is done the steel can be worked and handled to make beautiful patterns and great tools, and the nature of the steel composite gives great toughness and hardness.

In the attempt to produce wootz steel the watered pattern was not attained, in spite of having a microstructure similar to what was expected, even without the watered pattern achieving the production of an ultra high carbono steel with spheroidized carbide is something possible.

Lista de Figuras

Figura 1: Diagrama de fase Fe-C, descrição histórica (SHERBY; WADSWORTH, 1997).	13
Figura 2: Lâmina de damasco aumento de 370x(VERHOEVEN; PENDRAY, 1998).	14
Figura 3: Micrografia óptica de lâmina de damasco wootz(DURAND-CHARRE; ROUSSEL-DHERBEY; COINDEAU, 2010).	14
Figura 4: Região onde acontece o tratamento térmico de esferoidização.....	15
Figura 5: Classificação proposta para compósitos a base de Aço (EMBURY; BOUAZIZ, 2010). ..	17
Figura 6: Cano de arma, barras retorcidas e conformadas em tiras(GREENER, 1910).	18
Figura 7: Cano de arma de Damasco de uma barra(GREENER, 1910).	18
Figura 8: Cano de arma de Damasco de duas barras(GREENER, 1910).	18
Figura 9: Cano de arma de Damasco de três barras(GREENER, 1910).	18
Figura 10: Cano de arma de Damasco "Scelp"(GREENER, 1910).	19
Figura 11: Secção transversal de uma lâmina de Damasco (2g ácido pícrico, 25g hidróxido de sódio, 100ml água)(VERHOEVEN; PETERSON, 1992)	19
Figura 12: Micrografia de aço damasco caldeado formado por camadas de A203E/W2, ataque 2% nital(LACEY; BROOKS, 1992).	20
Figura 13: Região hachurada onde superplasticidade é esperada (WADSWORTH; SHERBY, 1980).	21
Figura 14: Estudo do efeito de elemento de liga na superplasticidade do aço UHC.	22
Figura 15: Início do aquecimento amostra 1 em forno de indução.....	24
Figura 16: Aquecimento amostra 1 em forno de indução (Hall Tecnológico PMT)	24
Figura 17: Preparação experimento 2 wootz.....	25
Figura 18: Cadinho selado com massa de alumina.....	25
Figura 19: Diagrama de carregamento do cadinho. (Autoria própria)	25
Figura 20: Wootz experimento 2.	26
Figura 21: Wootz experimento 2.	26
Figura 22: Wootz experimento 2.	26
Figura 23: Wootz experimento 2, após forjamento.....	26
Figura 24: Experimento 3 após ir ao forno.	28
Figura 25: Experimento 3 após ir ao forno e ser retirado o fechamento do cadinho.	28

Figura 26: Experimento 4 após ir ao forno.	29
Figura 27: Experimento 4 após ir ao forno e ser retirado o fechamento do cadinho.	29
Figura 28: Diagrama de carregamento do cadinho. (Autoria própria)	30
Figura 29: Temperatura final de aquecimento amostra 5.....	31
Figura 30: Temperatura de forjamento da amostra 5.....	32
Figura 31: Amostra 5 bruta(superior) e forjada(inferior).	33
Figura 32: Passos de carregamento do cadinho no experimento 6.	34
Figura 33: À esquerda peças de 15N20 com 1,5mm de espessura, à direita AISI 1095 com 3mm de espessura.....	35
Figura 34: AISI 1095 e 15N20 ordenados para preparação da amostra.....	36
Figura 35: Componentes prontos para serem soldados com eletrodo revestido.	36
Figura 36: Normalização da amostra	38
Figura 37: Diagrama esquemático do ensaio de fagulha.	39
Figura 38: Damasco caldeado, medidas de dureza após normalização	41
Figura 39: Damasco caldeado, medidas de dureza após tempera em óleo e revenido a 205°C por 2h	41
Figura 40: Dureza Vickers pela posição no material, medidas com espaçamento de 200µm.....	41
Figura 41: Experimento 1.....	42
Figura 42: Experimento 1, grafite não se misturou.....	42
Figura 43: Corte transversal da amostra do experimento 1.	42
Figura 44: Experimento 1, estrutura bruta, aumento de 50x em microscópio óptico.....	43
Figura 45: Experimento 1, estrutura bruta, aumento de 100x em microscópio óptico.....	43
Figura 46: Wootz experimento 2, lingote bruto aumento de 50x microscópio óptico.....	45
Figura 47: Wootz experimento 2, lingote bruto, aumento de 500x, microscópio óptico.....	45
Figura 48: Wootz experimento 2, após forjamento, aumento de 100x, microscópio óptico.....	46
Figura 49: Inclusão de grafite na amostra 2.....	47
Figura 50: Dureza vickers em relação à microestrutura amostra WF 2 (aumento 100x).....	47
Figura 51: Amostra WB 3, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico.....	48
Figura 52: Amostra WF 3, ataque Nital 2%, aumento 500x microscópio óptico.....	49
Figura 53: Inclusões de vidro em matriz de aço na amostra 3.....	50

Figura 54: Amostra WB 4, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico, região (a).	51
Figura 55: Amostra WB 4, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico, região (b).	51
Figura 56: WF4, ataque 2% de Nital e aumento de 100x.....	51
Figura 57: WF4, ataque 2% de Nital e aumento de 200x.....	51
Figura 58: Amostra WB 3, ataque Nital 2%, aumento 100x microscópio óptico.....	53
Figura 59: Amostra WF 5, ataque Nital 2%, aumento 100x microscópio óptico.	53
Figura 60: Dureza Vickers da amostra WB 5 pela posição das endentações em μm	54
Figura 61: Dureza Vickers da amostra WF 5 pela posição das endentações em μm	54
Figura 62: Distribuição de tamanho de grão da amostra WF5	55
Figura 63: Imagem EBSD da amostra WF 5	55
Figura 64: Inspeção do cadinho após resfriamento total.....	56
Figura 65: Vista inferior do lingote WB 6.	57
Figura 66: Vista Superior do lingote WB 6.	57
Figura 67: Micrografia WB 6 ataque Nital 2% aumento 100x.....	58
Figura 68: Micrografia WB 6 ataque Nital 2% aumento 500x.....	58
Figura 69: Relação de microdureza vickers com a microestrutura.....	58
Figura 70: Micrografia WF 6, ataque Nital 2%, aumento de 500x.	60
Figura 71: Curva de calibração do ensaio de fagulha.	61
Figura 72: Projeto em CAD do forno	64
Figura 73: Misturador de gás e controle de ar do queimador.....	65
Figura 74: Preparação para soldagem da carcaça.....	66
Figura 75: Carcaça do forno soldada.	66
Figura 76: Marcação para corte das portas.....	66
Figura 77: Porta cortada e a peça para soldar na parte inferior da porta.....	66
Figura 78: Isolamento de manta cerâmica instalada.....	67
Figura 79: Instalação completa dos refratários.	67
Figura 80: Imagem de todas as amostras, Experimentos Wootz 1 a 6 e damasco caldeado (em ordem da esquerda para direita).	76

Lista de Tabelas

Tabela 1: Dureza média do damasco caldeado na escala Rockwell C....	40
Tabela 2: Medidas de teor de Carbono.....	61

Lista de Abreviaturas e Siglas

UHC - Ultra High Carbon

WB # - Amostra wootz bruto experimento #

WF # - Amostra wootz forjado experimento #

DET – Transformação Eutetóide Divorciada

Sumário

1	Introdução.....	11
2	Revisão Bibliográfica.....	11
2.1	Wootz	11
2.1.1	Formadores de Carbonetos.....	14
2.1.2	Esferoidização de Carbonetos.....	15
2.1.3	Experimentos de Reprodução de Wootz.....	16
2.2	Damasco Caldeado.....	17
2.3	Padrão Damasceno.....	19
2.4	Aço de Damasco e a Superplasticidade.....	20
3	Objetivos.....	22
4	Materiais e Métodos.....	23
4.1	Wootz	23
4.1.1	Experimento 1.....	23
4.1.2	Experimento 2.....	24
4.1.3	Experimento 3.....	27
4.1.4	Experimento 4.....	28
4.1.5	Experimento 5.....	30
4.1.6	Experimento 6.....	33
4.2	Damasco Caldeado.....	35
4.2.1	Matéria Prima.....	35
4.2.2	Processo.....	35
4.2.3	Tratamento Térmico.....	37
4.3	Ensaio de Fagulha.....	38
5	Resultados e Discussões.....	40
5.1	Damasco Caldeado.....	40
5.2	Wootz Experimento 1.....	41
5.3	Wootz Experimento 2.....	44
5.4	Wootz Experimento 3.....	48
5.5	Wootz experimento 4.....	50
5.6	Wootz Experimento 5.....	52
5.7	Wootz Experimento 6.....	55
5.8	Ensaio de Teor de Carbono.....	60
5.8.1	Ensaio de Fagulha.....	60
6	Conclusões.....	61
7	Referências.....	62
8	Apêndice A.....	64
8.1	Construção do forno a gás.....	64
8.1.1	Projeto.....	64
8.1.2	Execução.....	65
8.2	Fabricação forno poço a gás.....	68
9	Anexos A.....	69
9.1	Relatórios de EDS.....	69
9.1.1	Amostra Wootz 2.....	69

9.1.2 Amostra Wootz 3.....	69
9.1.3 Amostra Wootz 4.....	71
9.1.4 Amostra Wootz 5.....	73
10 Anexos B	76

1 Introdução

O presente trabalho visa estudar os processos de produção do damasco, tanto pela rota de caldeamento como pela produção em cadinho, tentando estudar a viabilidade da produção do aço em cadinho abaixo da temperatura de fusão, investigando as similaridades e diferenças com os aços historicamente reconhecidos.

O estudo do aço de Damasco hoje pode parecer irrelevante com a grande expansão do conhecimento em metalurgia e desenvolvimento de muitas ligas de alto desempenho em relação às mais diversas propriedades; porém existe um crescente interesse do material por fatores estéticos únicos, unido com a qualidade do aço para produção de lâminas como facas, então tornando interessante a investigação das qualidades, defeitos e diferenças entre processos e composições de diferentes aços de Damasco, como o aço produzido em cadinho conhecido como Wootz e o aço produzido por montagem e caldeamento.

2 Revisão Bibliográfica

O aço de Damasco tem diversos nome e associações geográficas, como Wootz indiano, Pulad na ásia central, Bulat, ou Damasco “verdadeiro”, o que leva a conceitos equivocados, mas evidencias indicam que este aço era produzido na Índia e Ásia Central, e muitos lingotes deveriam ser comercializados por todo oriente médio, sendo então forjado em muitos objetos com o padrão característico(FEUERBACH, 2006).

Existe um forte consenso que a microestrutura das lâminas de aço de Damasco genuíno consiste em um arranjo ondulado de partículas de cementita em uma matriz de aço(VERHOEVEN; PETERSON, 1992).

2.1 Wootz

Os estudos científicos deste assunto começaram com George Pearson em 1795 na Inglaterra, em palestra à Royal Society, quando era enviado à

Inglaterra para análises laboratoriais com o fim de entender o que fazia mais resistente que o aço europeu(FEUEBACH, 2006), categorizando o “wootz” como aço e não como ferro como era anteriormente classificado(SLAUGHTER, 2014).

O “wootz” é como ficou conhecido o aço de cadinho Indiano, e é comumente aceito que o termo é a corrupção da palavra “ukko” ou “hookoo” pela língua inglesa, termo associado com o sul da Índia, e também é interessante notar o termo usado no norte da Índia e Paquistão “Pulad” que estudos sobre sua etimologia sugerem a tradução como “aço refinado/purificado”(FEUEBACH, 2006).

Em princípio o aço de cadinho é um lingote homogêneo produzido pela mistura de ferro com baixo teor de carbono e um composto com alto carbono, como ferro fundido, grafite ou matéria orgânica em um cadinho, onde ocorre a fusão, o carbono se difunde no ferro de baixo carbono e é produzido o lingote de aço (hipereutetóide entre 0.8% e 2%C)(FEUEBACH, 2006), que esfria lentamente, onde há grande crescimento de braços de dendritas impurezas como Manganês, Enxofre, Silício e Fósforo formam uma rede segregada entre as dendritas de austenita, as quais após a forja se deformam para formar um arranjo planar paralelo com a superfície(KHORASANI; HYNINEN, 2013). Com o aço de damasco usualmente tendo teor de carbono na região entre 1% e 2%C em massa, ele se encaixa na categoria de aço de ultra alto carbono (UHC), o colocando em uma faixa muito pouco estudada, entre o muito utilizado aço de alto carbono (0,6-1%C) e os ferros fundidos produzidos em grande escala (2,1-4,3%C)(SHERBY; WADSWORTH, 1997).

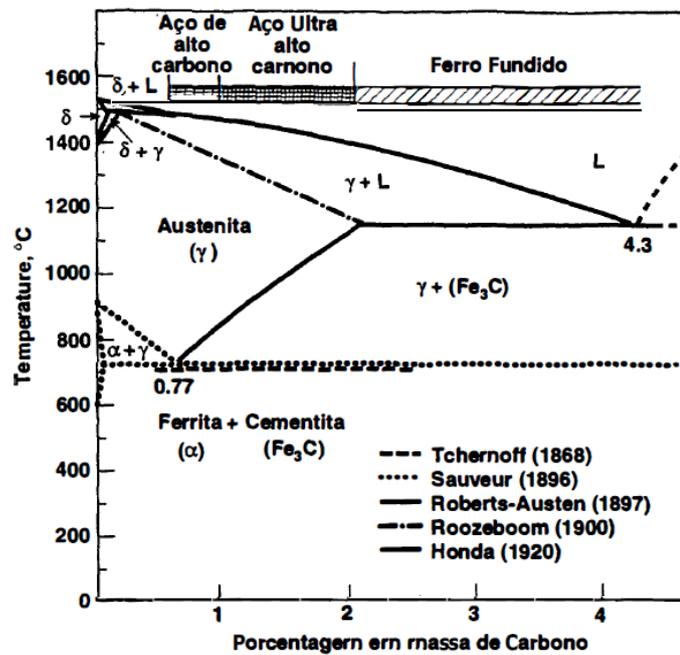


Figura 1: Diagrama de fase Fe-C, descrição histórica (SHERBY; WADSWORTH, 1997).

O produto do aço de cadinho wootz se torna aço de damasco após o trabalho mecânico de forja, repetidos ciclos térmicos e se forma o padrão macroscópico característico damasceno que tem a seguinte estrutura fundamental:

- Regiões Claras: Partículas de Cementita (Fe_3C) Alinhadas
- Regiões Escuras: Matriz comumente Perlítica, mas pode também ser Bainítica ou Martensítica (Revenida após tratamento térmico).
- Partículas de cementita geralmente esféricas ou facetadas em menor quantidade. Diâmetro na faixa de 3 a 20 μm .
- Distância entre faixas de cementita varia entre 30 e 100 μm em seções transversais e longitudinais (SLAUGHTER, 2014).

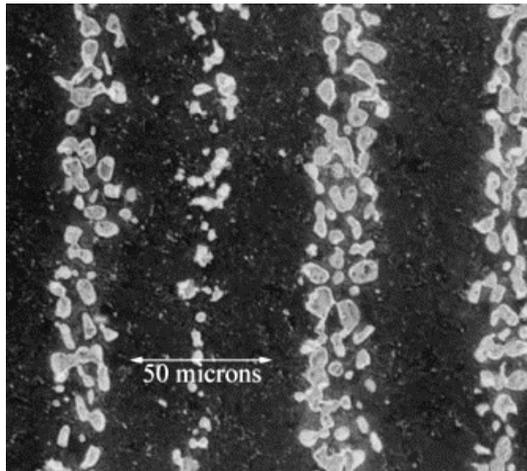


Figura 2: Lâmina de damasco aumento de 370x (VERHOEVEN; PENDRAY, 1998).

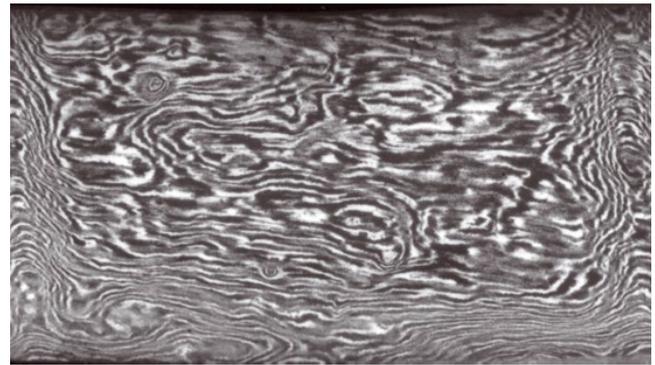


Figura 3: Micrografia óptica de lâmina de damasco wootz (DURAND-CHARRE; ROUSSEL-DHERBEY; COINDEAU, 2010).

2.1.1 Formadores de Carbonetos

Estudos em reprodução de wootz implicam que a formação de bandas no aço é resultado da segregação de carbonetos formados por V, Mo, Cr, Mn e Nb, sendo que os mais eficazes são Vanádio e Molibdênio, sendo que níveis a partir de 40 ppm em massa de Vanádio já são efetivos para formar aglomerados de partículas Fe_3C (VERHOEVEN; PENDRAY; DAUKSCH, 1998).

O mecanismo de formação de bandas ferrita/perlita acontece durante a solidificação, micro segregações de elementos X em ligas Fe-C-X, onde X é geralmente Mn, P ou algum elemento de liga, causando a nucleação preferencial da ferrita nas regiões interdendríticas, e a intensidade das micro segregações aumenta com a diminuição da taxa de resfriamento, onde resfriamento ao forno com taxas de $0,1 Ks^{-1}$ resulta em intensa bandagem microestrutural (THOMPSON; HOWELL, 1992). Sendo assim acredita-se que a formação da estrutura em camadas no aço de damasco seja da mesma natureza da formação de bandas ferrita/perlita, com a diferença que as bandas ferrita/perlita se formam em um único ciclo térmico, e podem ser destruídas por uma completa autenitização a baixa temperatura, e as bandas de carbonetos começam a se formar após alguns ciclos, se tornando claras entre 6 e 8 ciclos térmicos (VERHOEVEN; PENDRAY; DAUKSCH, 1998).

Com a segregação do carbono nas regiões interdendríticas acontece a formação do microconstituente Ledeburita rico em carbono, e com o trabalho a quente do material, o microconstituente é quebrado com formação de acúmulo de carbonetos, sendo que se carbonetos de geometria angular são produtos da esferoidização incompleta, que possuem grande estabilidade morfológica durante o recozimento (SUKHANOV; ARKHANGEL'SKII; PLOTNIKOVA, 2017).

2.1.2 Esferoidização de Carbonetos

A esferoidização é um processo de tratamento térmico utilizado na indústria com o propósito de melhorar a ductilidade a frio de aços de alto carbono e a sua usinabilidade, propriedades que são atingidas porque a esferoidização diminui a tensão de escoamento do material, o qual é determinado pela relação de ferrita e carbonetos, o tamanho de grão da ferrita e a morfologia dos carbonetos, entre o formato lamelar na estrutura Perlítica e esferoidizado (MATERIALS; COMPANY, 2018).

A esferoidização pode acontecer pelos seguintes métodos: Aquecimento prolongado a temperaturas logo abaixo da A_{e1} ; Aquecimento e resfriamento cíclico entre a temperatura A_{c1} e A_{r1} ; Resfriamento lento a partir da temperatura em que os carbonetos se dissolvem, e então utilização de uma das técnicas anteriores (Figura 4).

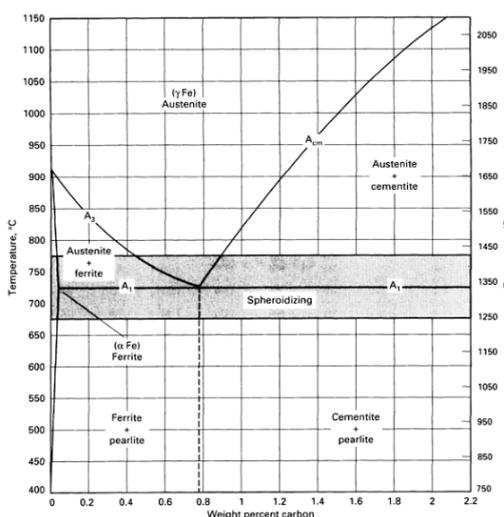


Figura 4: Região onde acontece o tratamento térmico de esferoidização.

2.1.2.1 Transformação eutetóide divorciada (DET)

Esse modo de transformação eutetóide faz com que a austenita se transforme em um produto de duas fases, composta de aproximadamente 11% cementita e 89%

ferrita(VERHOEVEN; GIBSON, 1998), sendo que pode ser do tipo cooperativo ou não cooperativo. Quando a estrutura é Perlítica a transformação ocorre em uma frente entre a ferrita e a austenita ou partículas de cementita, produzindo um arranjo de esferas de cementita em uma matriz ferrítica.

2.1.3 Experimentos de Reprodução de Wootz

2.1.3.1 Christian Slaughter (2014)

Dentre 4 lingotes produzidos um deles atingiu os resultados esperados, com características propícias ao forjamento, e formação do padrão damasceno, preparado em cadinho com carga de Fe e grafite em atmosfera inerte atingindo um teor de carbono de 1,64% e sem consideráveis impurezas, constatando que não formou-se o padrão damasceno segundo o mecanismo proposto por Verhoeven, comprovando que existem múltiplas rotas de formação do padrão como reportado por toda literatura(SLAUGHTER, 2014).

2.1.3.2 Juha Perttula (2001)

Aço desenvolvido com estrutura similar à encontrada em espadas antigas, mas com composição química modificada para melhoria da fundibilidade e forjabilidade e formação do padrão damasceno por ciclagem térmica em forno, e testes mostram propriedades mecânicas promissoras mesmo antes da têmpera. A modificação da composição química aconteceu na adição de pequenas quantidades de Cromo e Manganês, que corroboram as teorias de Verhoeven sobre a formação das bandas de carbonetos serem dependentes dos elementos de liga como Cr e V.(PERTTULA, 2001)

2.1.3.3 MANOUCHEHR MOSHTAGH KHORASANI (2013)

Reprodução comparativa com antigos manuscritos persas, analisa variações no carregamento, tempo em forno de fundição e velocidade de resfriamento e a relação com a formação do padrão damasceno tanto quanto forjabilidade e defeitos na formação do lingote, processo bem detalhado.(MOSHTAGH KHORASANI; HYNNINEN, 2013)

2.2 Damasco Caldeado

A microestrutura resultante de solda por forjamento de diferentes metais reflete tanto o aspecto funcional como o estético de tais produtos, resultando em compósitos metálicos, que no caso de aços muitos categorizam como Damasco, que pela dimensão da macroestrutura se encaixa como um Mesocompósito (EMBURY; BOUAZIZ, 2010).

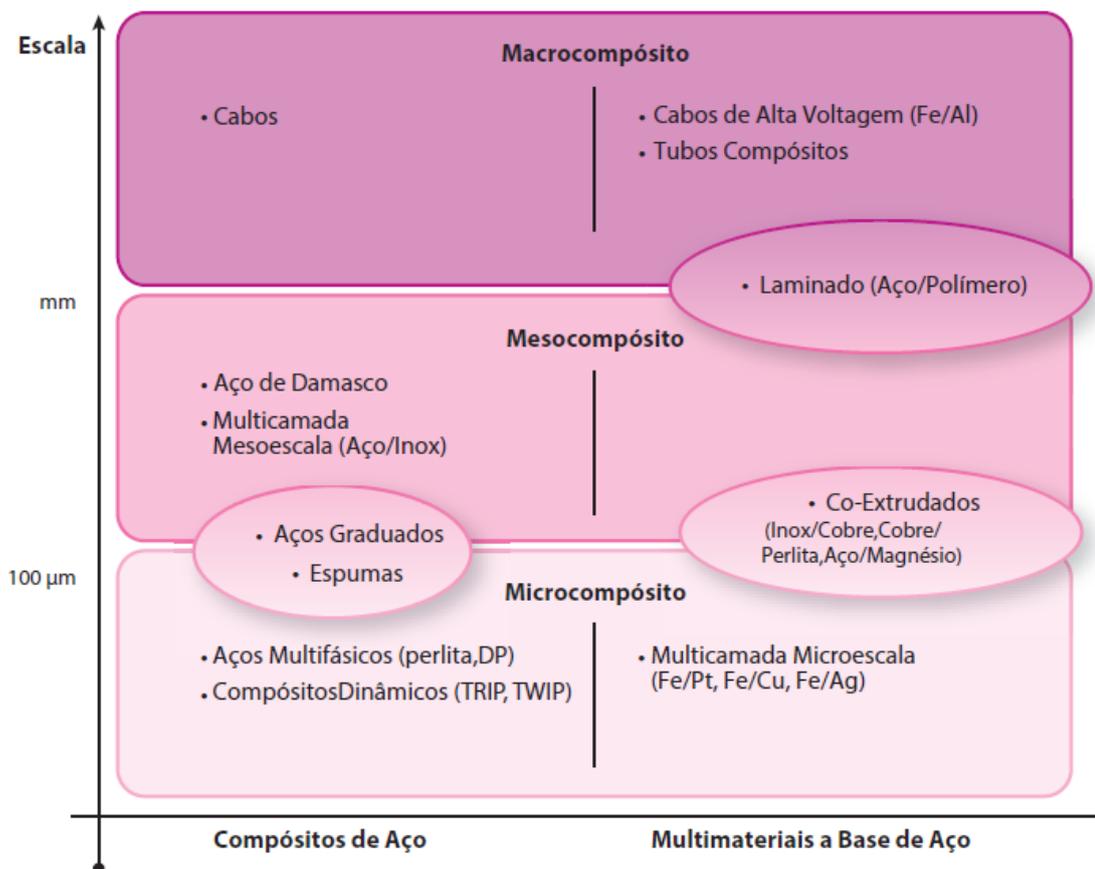


Figura 5: Classificação proposta para compósitos a base de Aço (EMBURY; BOUAZIZ, 2010).

O padrão damasceno foi replicado por todo o mundo e durante diversas épocas por diversos ferreiros, pela Europa tentando reproduzir o aço de Damasco original, desde a Rússia até a Malásia com o tradicional Kris, tendo também utilização representativa na indústria de armamentos na fabricação de cano de arma.

A técnica utilizada para manufatura deste aço consiste no arranjo sobreposto de placas ou arames de aço com diferentes composições com teores de carbono altos e baixos alternadamente, e variações em elementos de liga como Ni para a estabilização de carbonetos nos contornos de grão. Um exemplo é a produção de

canos de arma no fim do séc. XIX e início do séc. XX como mencionado no livro “The Gun and It’s Development”(GREENER, 1910) que retrata o processo onde chapas de aço e ferro são soldados em um bloco que então é alongado e transformado em uma barra, onde uma ou mais dessas barras são aquecidas até atingirem a coloração rubra e então retorcidas e marteladas para formação do cano, atingindo tais resultados:



Figura 6: Cano de arma, barras retorcidas e conformadas em tiras(GREENER, 1910).

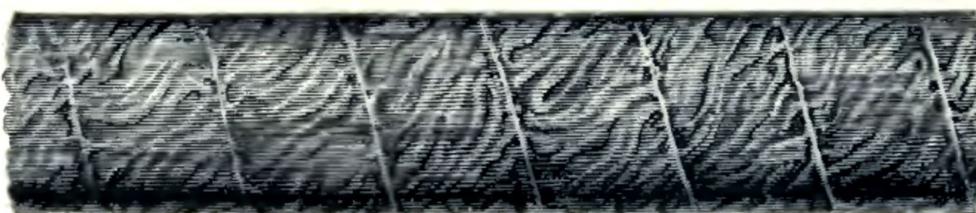


Figura 7: Cano de arma de Damasco de uma barra(GREENER, 1910).

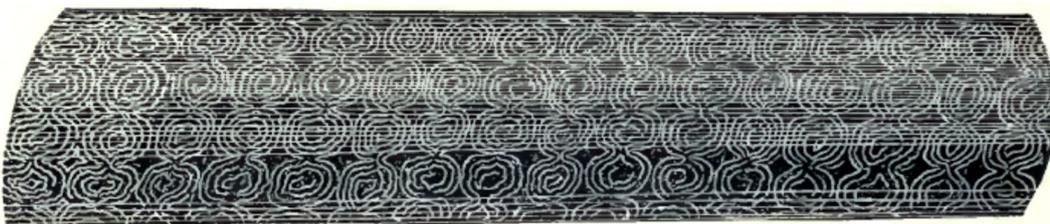


Figura 8: Cano de arma de Damasco de duas barras(GREENER, 1910).



Figura 9: Cano de arma de Damasco de três barras(GREENER, 1910).

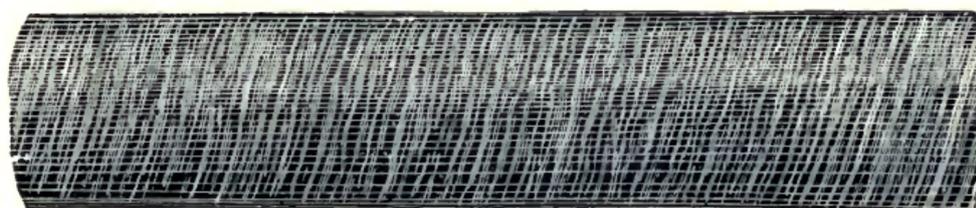


Figura 10: Cano de arma de Damasco "Scelp"(GREENER, 1910).

Atualmente as composições mais comuns utilizadas para Damasco Caldeado são empilhamentos de aço AISI 1085, AISI 1090, AISI 1095 com aços ASTM A203E, 15N20.

2.3 Padrão Damasceno

A existência de dendritas de cementita juntamente com segregação de impurezas cria um belo padrão damasceno onde as magníficas linhas claras entrelaçadas em um fundo escuro ornam e revelam detalhes sobre o processo de forja e trabalho em aço(KHORASANI; HYNNINEN, 2013). Os padrões são formados por cementita globular como vistos em:

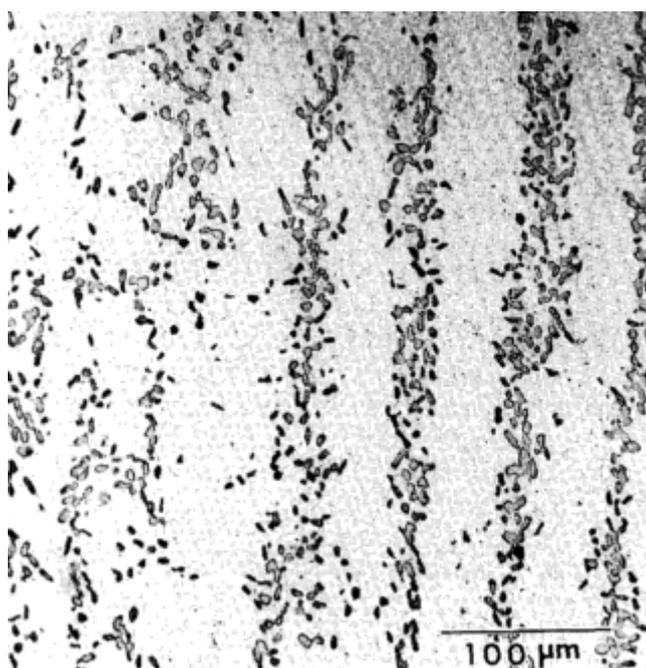


Figura 11: Secção transversal de uma lâmina de Damasco (2g ácido pícrico, 25g hidróxido de sódio, 100ml água)(VERHOEVEN; PETERSON, 1992)

Em algumas amostras de aço Damasco parte do excesso de cementita tem uma origem anormal, diferenciando da cementita secundária, ledeburita, e cementita primária em ligas ferro-carbono, uma característica dessa cementita anormal é o

grosso excesso de carbeto, com forma de prismas e octaedros, mais similares à carbeto angulares em ledeburita(SUKHANOV; ARKHANGEL'SKII; PLOTNIKOVA, 2017). Esses carbeto angulares são produto de esferoidização incompleta, onde o recozimento favorece o crescimento em forma de prisma triangular devido aos cristais serem hexagonais.

Em Damasco caldeado o padrão é criado intencionalmente pela montagem do compósito de chapas de aços com diferentes composições, usualmente camadas de aço com alto carbono e camadas de aço com baixo carbono, como aço ferramenta W2, AISI1090 para a porção com alto carbono e ASTM A203E para a porção de baixo carbono, e após ataque químico o padrão revelado mostra faixas escuras onde há maior concentração de carbono e faixas claras onde há menor concentração, sendo um dos fatores para produção de camadas finas o tempo e temperatura no forno para a forja, pois o gradiente de carbono se reduz pela difusão(LACEY; BROOKS, 1992).

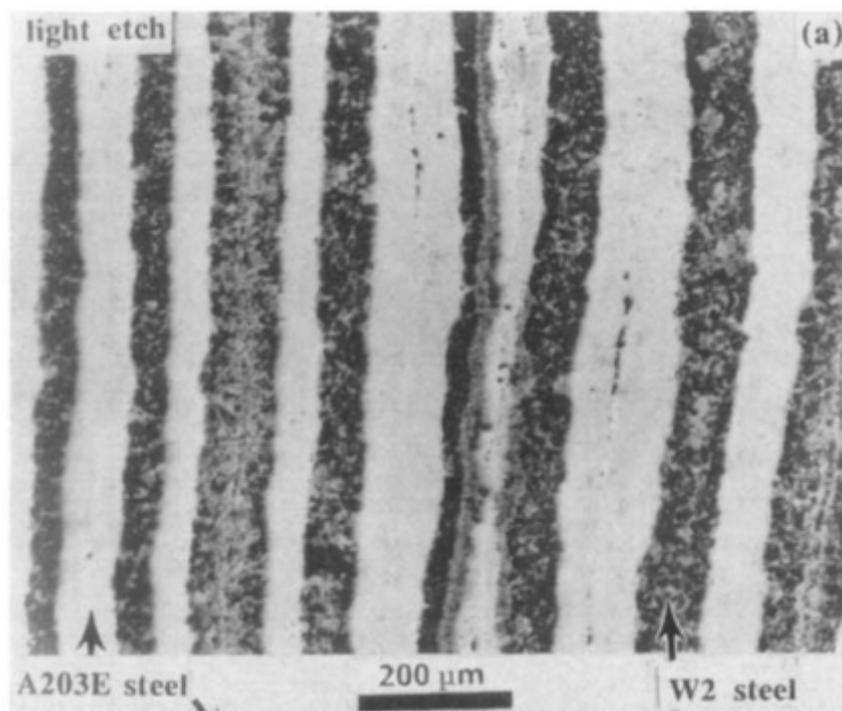


Figura 12: Micrografia de aço damasco caldeado formado por camadas de A203E/W2, ataque 2% nital(LACEY; BROOKS, 1992).

2.4 Aço de Damasco e a Superplasticidade

Propriedade descoberta em 1912, mas que se tornou amplamente estudada na década de 1960 com o intuito de tentar substituir usinagens dispendiosas em ligas de

Ti e Al, onde na década de 1970 estudos que usavam uma segunda fase de carbono dispersa finamente no aço para limitar o crescimento de grão descobriu que na faixa de 1 a 2% de C o aço exibia superplasticidade, atingindo alongações maiores que 1000% em altas temperaturas (Figura 13) (WADSWORTH, 2016). Para a existência da superplasticidade em metais existem dois principais requisitos: estrutura de grão refinados e existência de duas fases para manter a estrutura refinada em altas temperaturas, o que permite a deformação por escorregamento em contorno de grão, dando ao material uma característica quase viscosa (SHERBY; WADSWORTH, 1997). Essas descobertas levaram a estudos de antigos compósitos como os aços de Damasco.

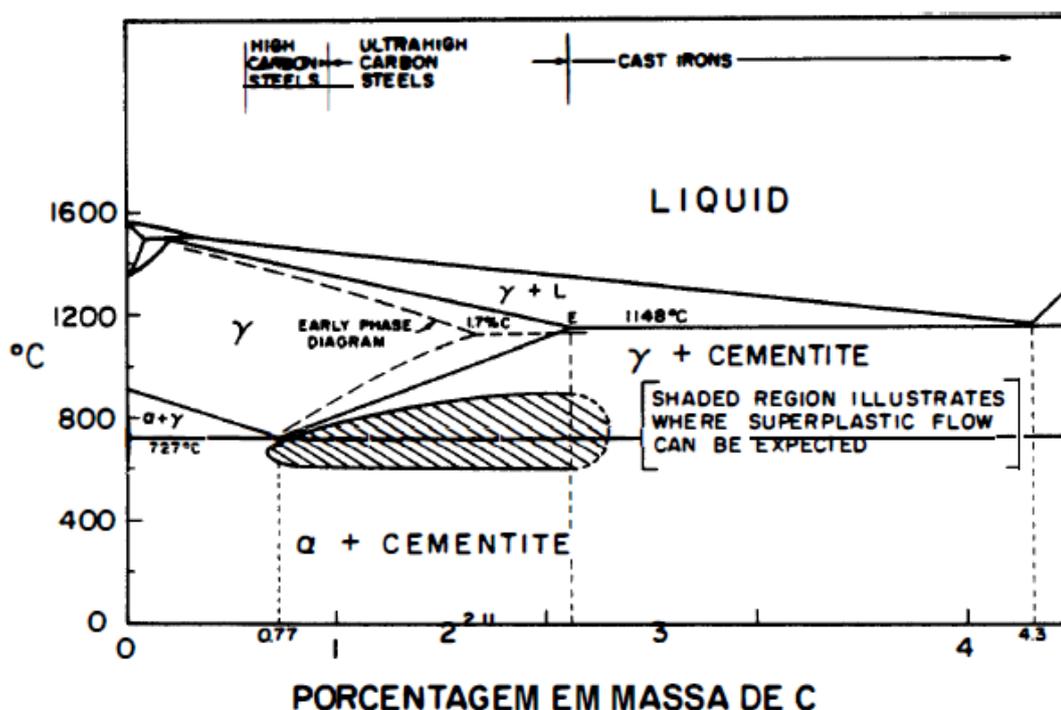


Figura 13: Região hachurada onde superplasticidade é esperada (WADSWORTH; SHERBY, 1980).

Estudos feitos com UHC descobriram que ligas Fe-C de alta pureza tem dificuldade de se tornarem superplásticas pelo fato de a liga não possuir a propriedade de se manter com grãos refinados, o que indica a importância de aditivos como Al e Si para controle do tamanho de grão. Na avaliação de aço de Damasco apresentou superplasticidade testou-se um aço UHC com 1,8%C, 1,6%Al, 1,5%Cr, 0,5%Mn a 750°C com taxa de deformação de 2% por minuto, que exibiu alongação de 450%, Sugerindo que antigas armas de Damasco tenham apresentado superplasticidade perto da temperatura A1 de transformação (SHERBY; WADSWORTH, 1997). A

propriedade de superplasticidade do aço de ultra alto carbono sem elementos de liga fica limitado a uma pequena faixa de temperatura e uma baixa taxa de deformação, mas pode ser melhorada pela adição de Al e Si na liga como visto na Figura 14, onde o tamanho médio de grão é da ordem de $2\mu\text{m}$.

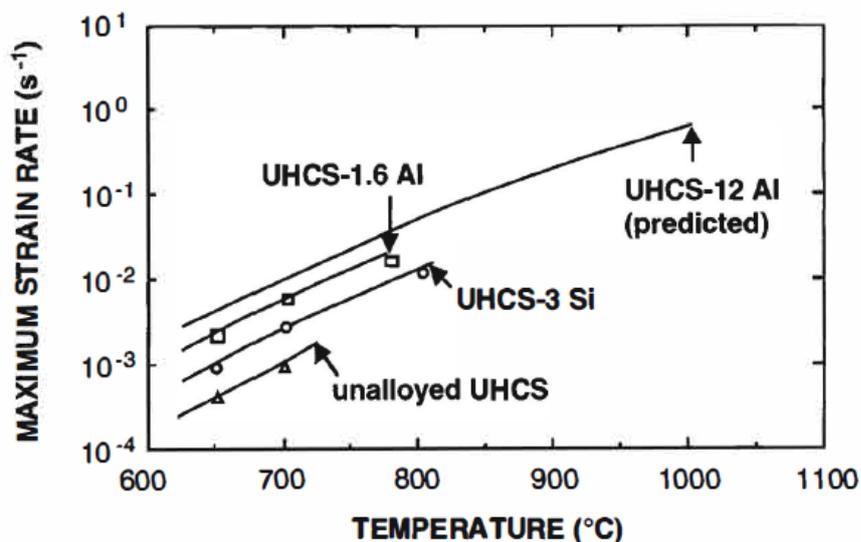


Figura 14: Estudo do efeito de elemento de liga na superplasticidade do aço UHC (NIEH; WADSWORTH; SHERBY, 1997).

3 Objetivos

Este trabalho propõe o estudo de diversas rotas de produção de aço de damasco citadas na literatura e estudada por anos, analisando a reprodutibilidade, facilidade de conformação, presença de padrão damasceno visível e análise das propriedades mecânicas esperadas.

- Produção de liga de aço UHC
- Investigação de superplasticidade no forjamento
- Análise microestrutural, pré e pós forjamento
- Análise do padrão damasceno
- Estudo das propriedades mecânicas da liga
- Viabilidade da produção de Wootz abaixo da temperatura de fusão

4 Materiais e Métodos

4.1 Wootz

4.1.1 Experimento 1

4.1.1.1 Matéria Prima

- Composição: Aço AISI 1045 - 661.8g/Grafite em pó - 10g
- Fluxo de vidro
- Cadinho de alumina
- Feito em forno de indução

4.1.1.2 Processo

O cadinho foi carregado primeiramente com o grafite em pó e então com aço AISI 1045 em formato cilíndrico para melhor eficiência de aquecimento no forno a indução, e então coberto com vidro como visto na Figura 15.

Foi aquecido por cerca de 1h em forno de indução, com fechamento da câmara de indução com a tampa refratária para menor perda de calor, após esse tempo o forno foi desligado e a amostra resfriada lentamente no forno.

Ao extrair a amostra notou-se que parte da carga fundiu e parte aparentemente se manteve no mesmo formato da barra de aço carregada, e a maior parte do grafite em pó não se misturou com o resto da carga.

Metade da carga foi cortada e forjada até a obtenção de uma barra para análise, mas não se observou formação de padrão macroscópico.



Figura 15: Início do aquecimento amostra 1 em forno de indução.



Figura 16: Aquecimento amostra 1 em forno de indução (Hall Tecnológico PMT)

4.1.2 Experimento 2

4.1.2.1 Matéria Prima

- Composição: Ferro em pó - 40g/Grafite em pó - 1g
- Fluxo de vidro
- Folhas Verdes
- Cadinho de alumina fechado com massa de alumina
- Feito em forno a gás



Figura 17: Preparação experimento 2 wootz.



Figura 18: Cadinho selado com massa de alumina.

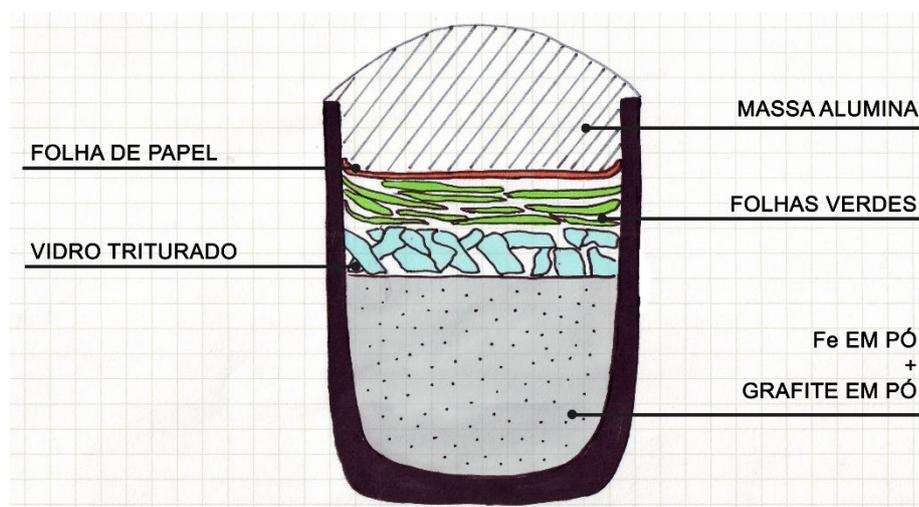


Figura 19: Diagrama de carregamento do cadinho. (Autoria própria)

4.1.2.2 Processo

Com a montagem seguindo o diagrama da Figura 19, o cadinho foi deixado ao ar para secagem da massa de fechamento por algumas horas, então levado ao forno. O aquecimento da amostra foi feita em forno a gás, elevando a temperatura lentamente por cerca de 1h e mantida a 1100 °C por cerca de 30min e então diminuiu-

se a potência do forno pela redução do fluxo de combustível e de ar, até que foi cortado totalmente o combustível perto da temperatura de 800°C, então a amostra foi deixada resfriando lentamente ao forno, levando cerca de 10h para se atingir temperatura ambiente.

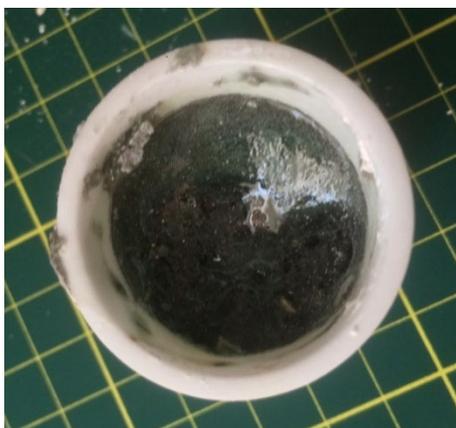


Figura 20: Wootz experimento 2.



Figura 21: Wootz experimento 2.



Figura 22: Wootz experimento 2.



Figura 23: Wootz experimento 2, após forjamento.

A amostra foi então cortada ao meio para análise da estrutura bruta após o tempo no forno, então lixada, polida e atacada com Nital 2% para análise metalográfica. A outra metade foi mergulhada em ferro em pó, e aquecida por cerca

de 500°C por 15min para descarburagem da superfície e então forjada entre 750°C e 850°C até se chegar a um lingote em forma de paralelepípedo.

A amostra foi nivelada inicialmente utilizando esmeril e lima, e então lixada com lixas #100, #220, #320, #400, #600, #1200 e então polidas com pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm, com ataque feito com Nital 2%.

4.1.3 Experimento 3

4.1.3.1 Matéria Prima

- Composição: Ferro em pó - 40g/Grafite em pó - 1g
- Fluxo de vidro
- Folhas verdes
- Cadinho de alumina fechado com massa de alumina
- Feito em forno a gás

4.1.3.2 Processo

Com a montagem seguindo o diagrama da Figura 19, o cadinho foi deixado ao ar para secagem da massa de fechamento por algumas horas, então levado ao forno. O Aquecimento da amostra foi feita em forno a gás, elevando a temperatura lentamente por cerca de 1h e mantida a 1100 °C por cerca de 1h e então diminuiu-se a potência do forno pela redução do fluxo de combustível e de ar, até que foi cortado totalmente o combustível perto da temperatura de 800°C, então a amostra foi deixada resfriando lentamente ao forno, levando cerca de 10h para se atingir temperatura ambiente.



Figura 24: Experimento 3 após ir ao forno.



Figura 25: Experimento 3 após ir ao forno e ser retirado o fechamento do cadinho.

A amostra foi então cortada ao meio para análise da estrutura bruta após o tempo no forno, então lixada, polida e atacada com Nital 2% para análise metalográfica. A outra metade foi mergulhada em ferro em pó, e aquecida por cerca de 500°C por 15min para descarburização da superfície e então forjada entre 750°C e 850°C até se chegar a um lingote em forma de paralelepípedo.

A amostra foi nivelada inicialmente utilizando esmeril e lima, e então lixada com lixas #100, #220, #320, #400, #600, #1200 e então polidas com pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm, com ataque feito com Nital 2%.

4.1.4 Experimento 4

4.1.4.1 Matéria Prima

- Composição: Ferro em pó - 48g/Aço Cr-V - 2.5g/Grafite em pó - 1g
- Fluxo de vidro/bórax
- Folhas verdes
- Cadinho de alumina fechado com massa de alumina
- Feito em forno a gás

4.1.4.2 Processo

Com a montagem seguindo o diagrama da Figura 19, o cadinho foi deixado ao ar para secagem da massa de fechamento por algumas horas, então levado ao forno. O aquecimento da amostra foi feita em forno a gás, elevando a temperatura lentamente por cerca de 1h e mantida a 1100 °C por cerca de 1h e então diminuiu-se a potência do forno pela redução do fluxo de combustível e de ar, até que foi cortado totalmente o combustível perto da temperatura de 800°C, então a amostra foi deixada resfriando lentamente ao forno, levando cerca de 10h para se atingir temperatura ambiente.



Figura 26: Experimento 4 após ir ao forno.



Figura 27: Experimento 4 após ir ao forno e ser retirado o fechamento do cadinho.

A amostra foi então cortada ao meio para análise da estrutura bruta após o tempo no forno, então lixada, polida e atacada com Nital 2% para análise metalográfica. A outra metade foi mergulhada em ferro em pó, e aquecida por cerca de 500°C por 15min para descarburização da superfície e então forjada entre 750°C e 850°C até se chegar a um lingote em forma de paralelepípedo.

A amostra foi nivelada inicialmente utilizando esmeril e lima, e então lixada com lixas #100, #220, #320, #400, #600, #1200 e então polidas com pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm, com ataque feito com Nital 2%.

4.1.5 Experimento 5

4.1.5.1 Matéria Prima

- Composição: Ferro em pó - 40,05g/Grafite em pó - 0,71g/Aço Cr-V - 1,99g
- Fluxo de vidro
- Cadinho de alumina fechado com massa de alumina
- Feito em forno a gás

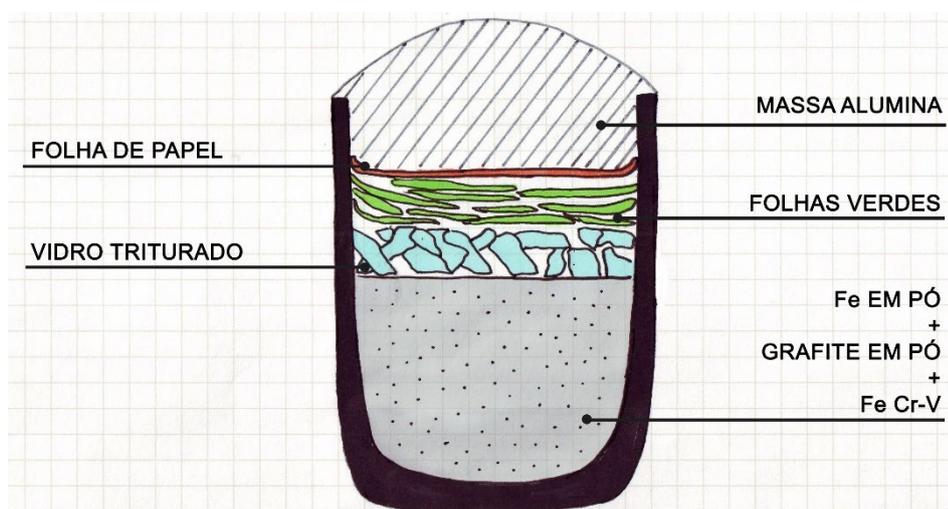


Figura 28: Diagrama de carregamento do cadinho. (Autoria própria)

4.1.5.2 Processo

Com a montagem seguindo o diagrama da Figura 19, o cadinho foi deixado ao ar para secagem da massa de fechamento por algumas horas, então levado ao forno. O Aquecimento da amostra foi feita em forno a gás, elevando a temperatura lentamente por cerca de 45min e mantida a 1300 °C (Figura 29) por cerca de 30min e então diminuiu-se a potência do forno pela redução do fluxo de combustível e de ar, até que foi cortado totalmente o combustível perto da temperatura de 800°C, então a amostra

foi deixada resfriando lentamente ao forno, levando cerca de 10h para se atingir temperatura ambiente.



Figura 29: Temperatura final de aquecimento amostra 5.

A amostra foi então cortada ao meio para análise da estrutura bruta após o tempo no forno, então lixada, polida e atacada com Nital 2% para análise metalográfica. A outra metade passou por ciclos térmicos de aquecimento entre 650°C e 750°C e resfriamento a cerca de 200°C, sendo que 4 ciclos foram pré-forjamento e outros 45 ciclos durante a primeira etapa de forjamento.



Figura 30: Temperatura de forjamento da amostra 5.

A amostra foi então nivelada inicialmente utilizando esmeril e lima, e então lixada com lixas #100, #220, #320, #400, #600, #1200 e então polidas com pasta de diamante de 6 μ m, 3 μ m e 1 μ m, com ataque feito com Nital 2%.

Após a primeira forja da amostra foi feito o estudo metalográfico e ensaios de microdureza, e então a amostra passou por outra etapa de forjamento com 23 ciclos de aquecimento para analisar a influência da elongação na microestrutura, repetindo-se o mesmo processo de lixamento, polimento e ataque.



Figura 31: Amostra 5 bruta(superior) e forjada(inferior).

4.1.6 Experimento 6

4.1.6.1 Matéria prima

- Composição: Ferro em pó - 617.71g/Grafite em pó – 9g/Aço Cr-V – 42.91g
- Fluxo de vidro
- Folhas verdes
- Cadinho de carbono/grafite fechado com argila branca
- Feito em forno a gás





Figura 32: Passos de carregamento do cadinho no experimento 6.

O cadinho foi carregado com as matérias primas de maneira semelhante à apresentada na Figura 28 e então colocado ao forno.

4.1.6.2 Processo

O Aquecimento da amostra foi feita em forno a gás, elevando a temperatura lentamente por cerca de 1h30min, sendo que os primeiros 20min de aquecimento foi em uma potência menor do queimador e então aumentada a potência gradualmente até o máximo do fluxo de ar do soprador, sempre mantendo a mistura combustível comburente estequiométrica para o maior poder calorífico da chama, então foi mantida a temperatura em torno de 1500°C por cerca de 50min e então resfriado lentamente dentro do forno.

Após o resfriamento do cadinho retirou-se do forno e com uma picareta de soldador o vidro usado de fluxo foi quebrado e retirado até que o lingote fosse solto do cadinho, então cortou-se o lingote, separando um pedaço para embutir e fazer análise da estrutura bruta de solidificação e outro reservado para forjamento. A amostra foi embutida em baquelite e então lixada e polida como as outras amostras, feito o estudo metalográfico com ataque de Nital 2% e ensaio de microdureza vickers com carga de 0.5g.

A porção reservada para o forjamento passou pelo processo de decarbonetação da superfície, imerso em ferro em pó foi levado ao forno por 30min entre 650°C e 750°C e então resfriado ao ar, então foi levado novamente ao forno e aquecido a cerca de 750°C e resfriado ao ar, repetindo-se esse processo por 5 vezes. O forjamento começou a temperaturas entre 750°C e 800°C com marteladas fracas inicialmente e ao decorrer dos ciclos a força era aumentada, forjando por 29 ciclos. A

barra forjada foi então cortada e embutida, lixada, polida como nas amostras anteriores, atacada com Nital 2% e feito ensaio metalográfico.

4.2 Damasco Caldeado

4.2.1 Matéria Prima

Os componentes do damasco caldeado são derivados de camadas de aço alto carbono neste experimento sendo usado AISI 1095 e aço com adição de níquel representado pelo UDH 15N20, o fluxo utilizado foi Bórax em pó.

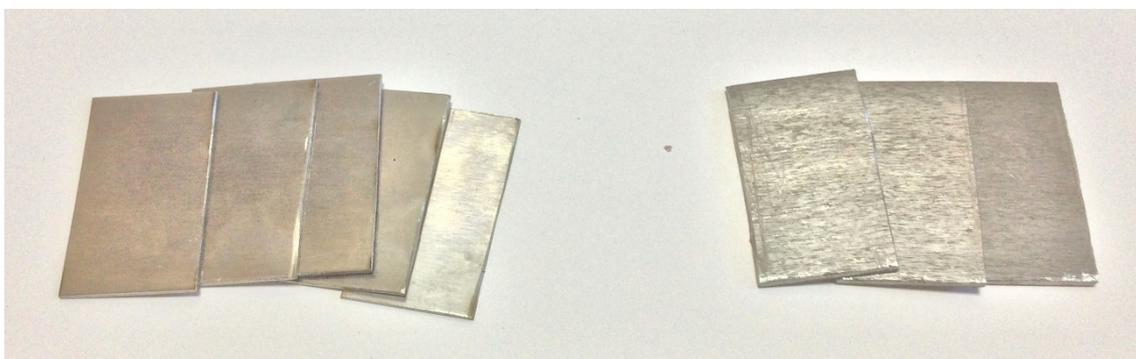


Figura 33: À esquerda peças de 15N20 com 1,5mm de espessura, à direita AISI 1095 com 3mm de espessura.

4.2.2 Processo

Para preparar o caldeamento os componentes são organizados alternadamente de acordo com o resultado esperado, para que as camadas finais apresentem a mesma proporção foram alternadas duas camadas de 15N20 com uma de 1095 pela diferença de espessura da chapa inicial (Figura 34).

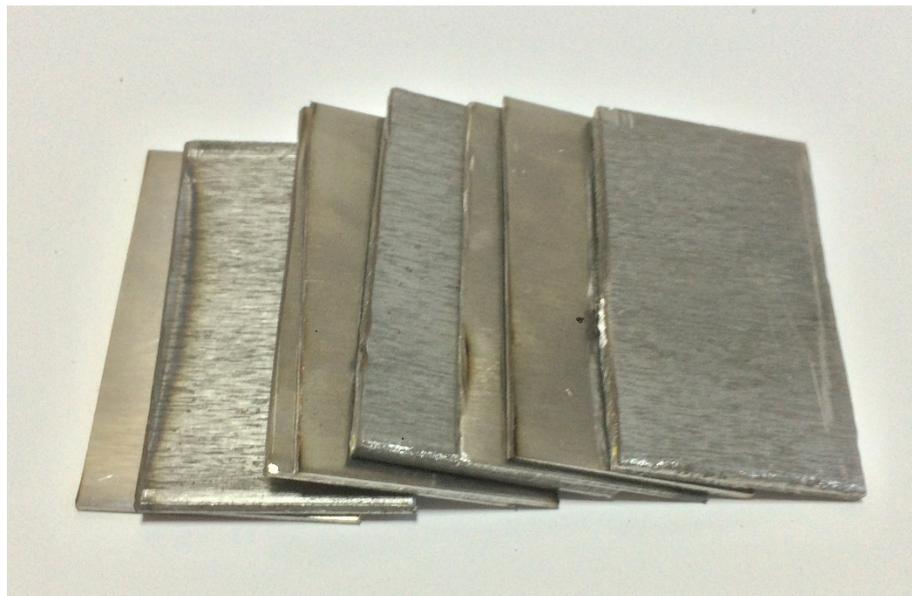


Figura 34: AISI 1095 e 15N20 ordenados para preparação da amostra.

Então os componentes são presos (Figura 35) e então soldados com eletrodo revestido para manter a posição dos componentes, então a montagem é soldada em uma barra de aço para fácil manuseamento durante o forjamento.



Figura 35: Componentes prontos para serem soldados com eletrodo revestido.

Com toda montagem firme à barra de aço coloca-se ao forno para aquecimento lento, garantindo homogeneidade no aquecimento, ao atingir temperaturas entre 500°C e 600°C a amostra é retirada e coberto com uma quantidade generosa de bórax e retorna ao forno para aquecimento até demonstrar uma cor carmesim escura que indica temperaturas entre 700°C e 760°C e então é martelada sobre a bigorna levemente para eliminar todo espaço entre as chapas e impedir a entrada de oxigênio entre as camadas, após ser recoberto por mais bórax volta ao forno para aquecimento até a temperatura de soldagem, onde tradicionalmente é observada quando o bórax borbulha na superfície do aço, por volta de 1200°C, então forjada levemente sobre a bigorna, adicionado mais bórax para proteção e repetido o processo a cada vez com maior intensidade no forjamento até que a peça seja por completo caldeada, então ela é modelada em uma barra longa e então resfriada. Após o primeiro ciclo de forjamento é retirada toda carepa e cordão de solda inicial, então cortada em chapas e o processo repetido pelo número de vezes necessário para atingir a contagem de camadas desejada.

Nessa amostra após a preparação do lingote ele foi aquecido a cerca de 900°C e então torcido e forjado novamente no formato de uma barra para que as camadas paralelas pudessem mudar de orientação e apresentar um padrão mais interessante ao se lixar e atacar a superfície.

A barra obtida foi submetida a dois ciclos de normalização, levando a amostra à temperatura de autenitização e então resfriada ao ar.

A amostra foi nivelada inicialmente utilizando esmeril e lima, e então lixada com lixas #100, #220, #320, #400, #600, #1200 e então polidas com pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm, para o ataque que revela o contraste entre as diferentes camadas foi utilizado FeCl₃.

4.2.3 Tratamento Térmico

Após o forjamento, a amostra foi levada ao forno para o tratamento de normalização, elevando a temperatura acima de 850°C (Figura 36) para entrar no campo austenítico e então resfriado ao ar, repetindo-se o processo duas vezes.

Após a primeira bateria de ensaios da amostra normalizada, foi levada ao processo de têmpera, aquecendo a amostra à temperatura crítica e então temperada em óleo e revenida a 200°C por 2h.



Figura 36: Normalização da amostra

4.3 Ensaio de Fagulha

O ensaio foi feito segundo o modelo estudado pelo artigo de Kexing Deng (DENG et al., 2019), onde um esmeril de bancada com disco de pedra abrasiva foi colocado a frente de um fundo preto, com o disco perpendicular ao fundo, e uma câmera fotográfica a frente do esmeril, todos com a posição fixa durante todas as amostragens de acordo com o diagrama visto na Figura 37. Foram tiradas múltiplas fotos para cada amostra, começando com aços de teor de carbono conhecido para produzir a curva de calibração, sendo eles AISI 1010, AISI 1020, UHD 15N20 e AISI 1095.

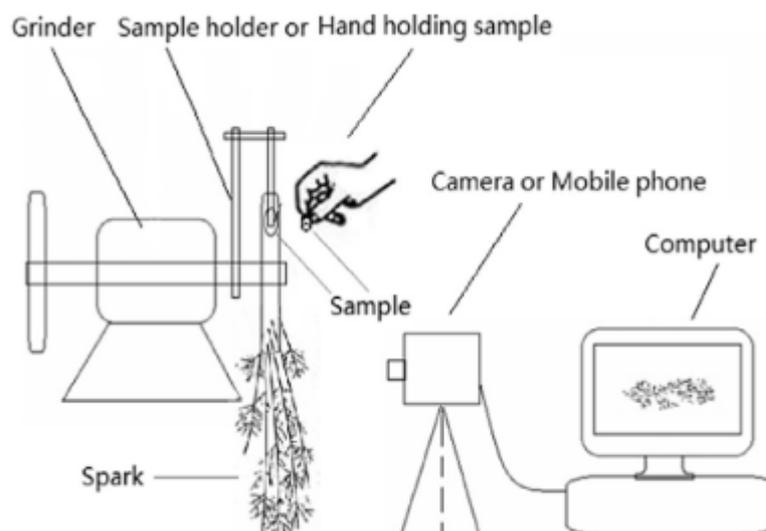


Figura 37: Diagrama esquemático do ensaio de fagulha.

Após as imagens serem transferidas para o computador, são filtradas as imagens com maior representatividade, onde as fagulhas podem ser distinguidas individualmente, então selecionadas as imagens elas são tratadas pelo programa ImageJ, onde são recortadas a porção central das fagulhas, com o critério de utilizar a região próxima de onde as fagulhas começam a ser individualmente distinguíveis, então a imagem é convertida para escala de cinza de 16-bit, e então convertida em uma imagem binária pelo ajuste de Threshold, fazendo que as fagulhas sejam pretas em um fundo branco, então é utilizada a ferramenta Fractal Box Count com as configurações padrão que nos dá a dimensão fractal da imagem formada pelas fagulhas. Após todas as amostras passarem por esse processo, os valores de dimensão fractal são tabelados e retirada a média para eliminar os fatores de aleatoriedade e obter um valor mais representativo em relação ao teor de carbono.

A curva de calibração é feita através da plotagem das médias obtidas da dimensão fractal e os respectivos teores de carbono para a amostra, e os pontos são ajustados a uma curva logarítmica, e essa curva é utilizada para determinar o teor de carbono das amostras comparando com a média da dimensão fractal delas.

5 Resultados e Discussões

5.1 Damasco Caldeado

O lingote caldeado apresentou diversas dificuldades para ser produzido, em grande parte por falta de experiência, sendo a maior dificuldade do processo o de manter as superfícies a serem caldeadas limpas e livres de oxidação durante o aquecimento e forjamento, o bórax é muito importante para criar uma camada líquida viscosa na superfície do lingote que impede a entrada de oxigênio entre as camadas a serem caldeadas. No aquecimento inicial as camadas estão seguras apenas por alguns pontos de solda, e mesmo com barras laminadas o contato entre elas não é perfeito, então o aquecimento deve ser lento para se conseguir uma boa homogeneidade térmica entre a superfície e o centro, problema que é reduzido ao se forjar e melhorar o contato e a transmissão de calor entre as camadas.

Tabela 1: Dureza média do damasco caldeado na escala Rockwell C

Dureza média (HRc)	
Normalizado	Temperado e revenido
27.5	51.6

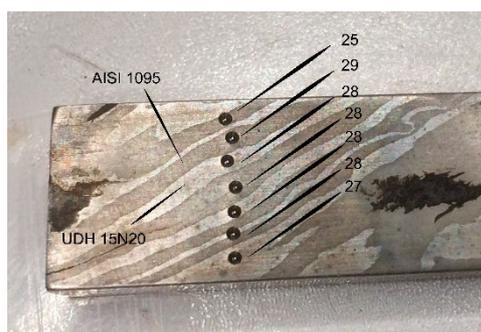


Figura 38: Damasco caldeado, medidas de dureza após normalização

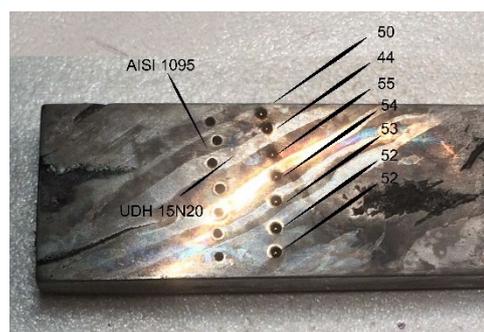


Figura 39: Damasco caldeado, medidas de dureza após tempera em óleo e revenido a 205°C por 2h

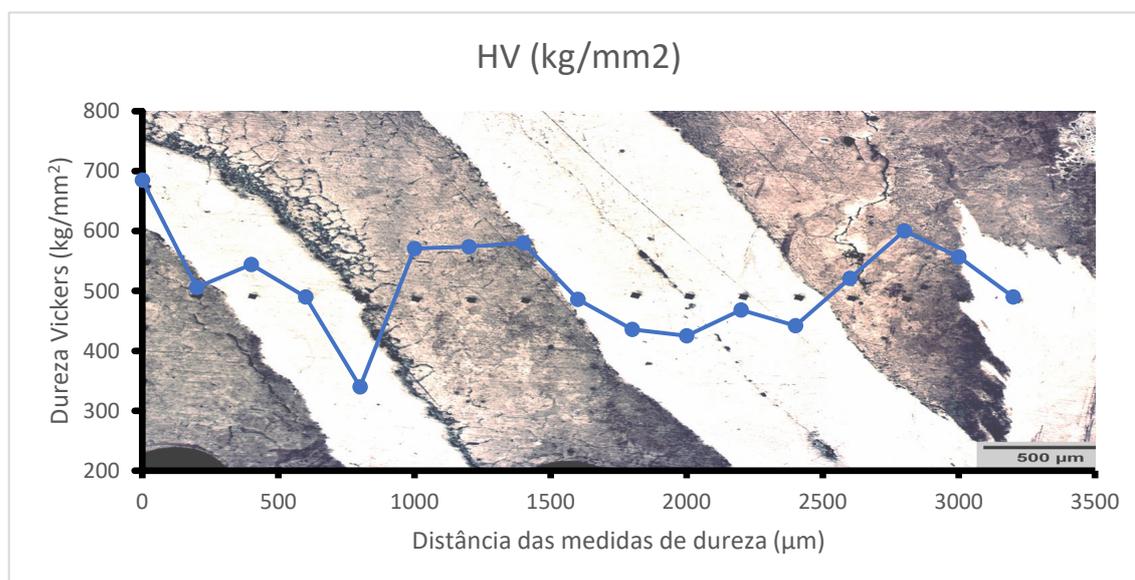


Figura 40: Dureza Vickers pela posição no material, medidas com espaçamento de 200µm.

A diferença de dureza entre as camadas pode ser vista tanto pela análise de microdureza quanto à de macro dureza, sendo que a camada formada pelo aço 15N20 apresenta menor dureza no estado temperado e revenido por ter cerca de 0,2% menos carbono e conseqüentemente menor temperabilidade, mas no estado normalizado essa diferença desaparece, por essa diferença as propriedades macroscópicas desse tipo de damasco se tornam mais homogêneas proporcionalmente com o número e espessura das camadas, gerando uma relação proporcional positiva entre a quantidade de trabalho colocado sobre o material e suas propriedades mecânicas.

5.2 Wootz Experimento 1

O primeiro experimento tentando replicar o wootz não foi bem sucedida, ao retirar a amostra do cadinho observou-se que a grafite em pó não se misturou ao aço, a parte superior fundiu como esperado e foi observado visualmente ao abrir o forno e

tentou-se confirmar a temperatura utilizando um pirômetro óptico, o qual mostrava temperaturas em torno de 1200°C, o que levou à suspeita da medida não ser confiável por ser observada a fusão da carga, após o forno ter a potência diminuída lentamente e a amostra resfriado se observou que somente a parte superior da carga do cadinho e partes do interior da barra de aço atingiram fusão, assim impossibilitando a mistura da grafite que se localizava ao redor da barra.



Figura 41: Experimento 1.



Figura 42: Experimento 1, grafite não se misturou.



Figura 43: Corte transversal da amostra do experimento 1.

A falha do experimento pode ser atribuída à falta de experiência na fusão da carga e de métodos confiáveis para medir a temperatura e garantir a fusão completa e homogeneização do material.

A porção superior da amostra atingiu a fusão, mas pela análise da microestrutura observou-se que não houve enriquecimento de carbono.

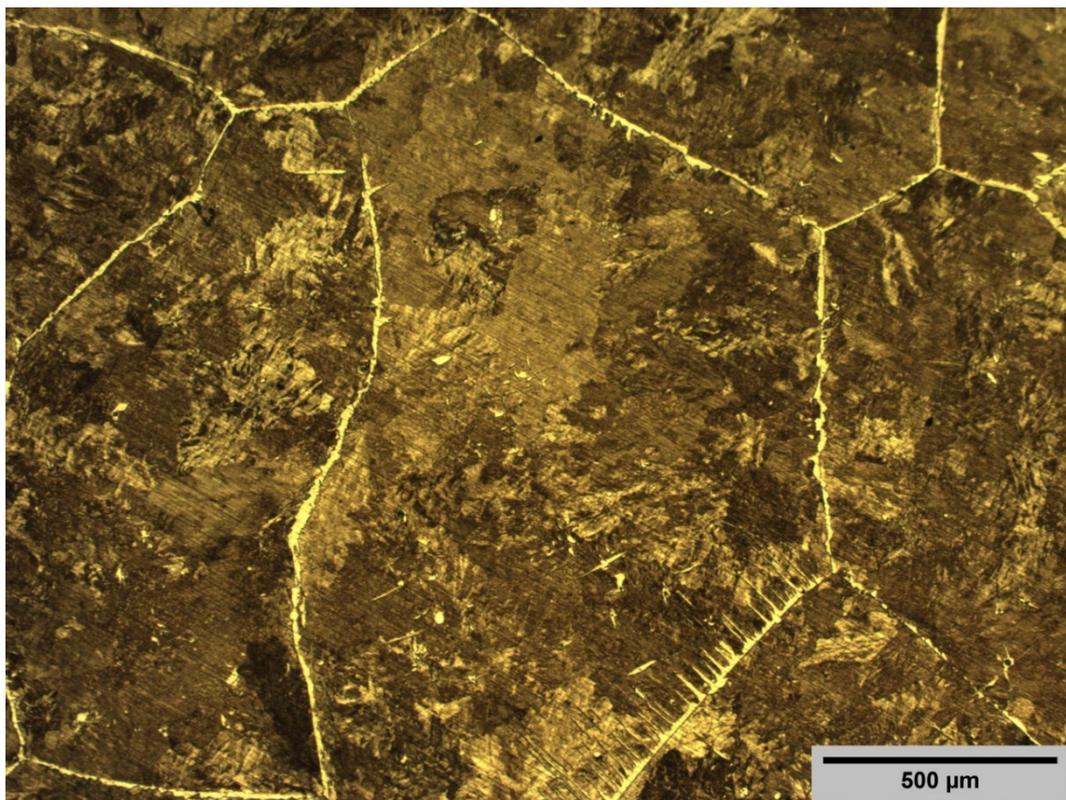


Figura 44: Experimento 1, estrutura bruta, aumento de 50x em microscópio óptico.

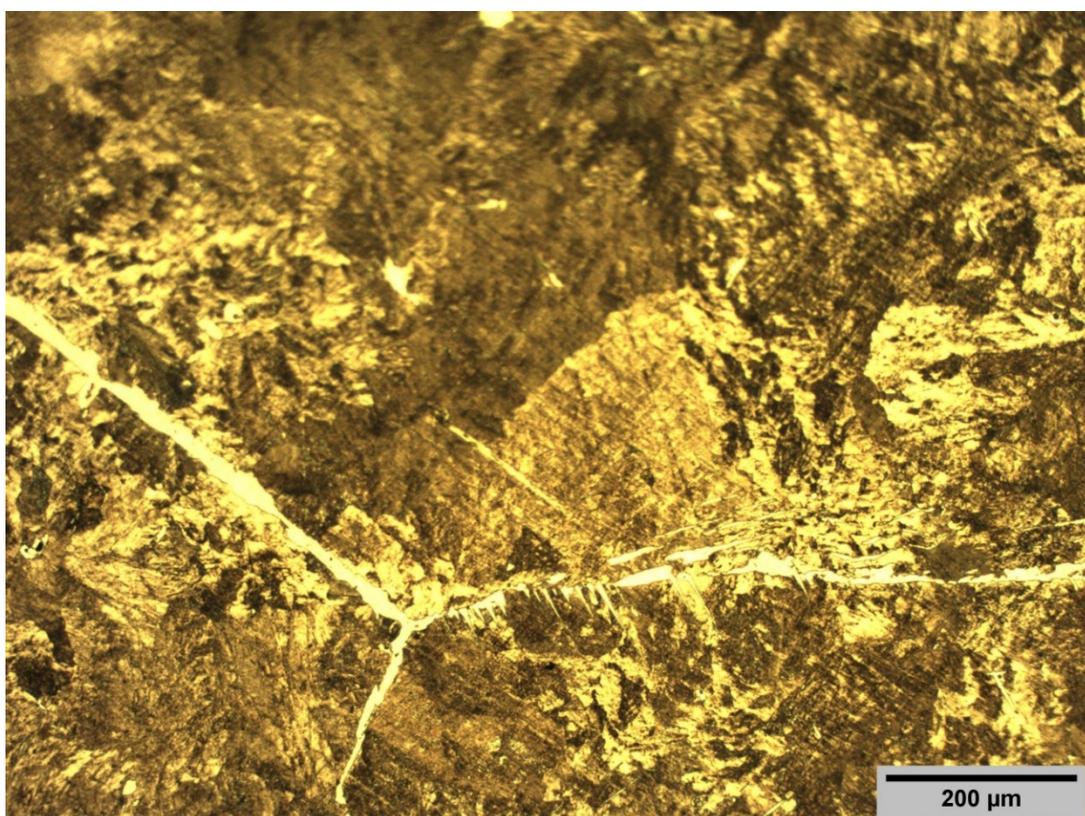


Figura 45: Experimento 1, estrutura bruta, aumento de 100x em microscópio óptico.

5.3 Wootz Experimento 2

O lingote obtido pelo experimento apresentou grande quantidade de porosidade como visto na Figura 21, formado devido à reação em estado sólido, onde o carbono é difundido na matriz de ferro e as partículas sintetizadas e a mudança de volume específico deixa vazios no meio do lingote. Na análise metalográfica também se observa pequenas regiões escuras com aparência de porosidade, mas provavelmente são núcleos de grafite que não difundiram completamente no material, tese apoiada pela presença de um alo de cementita ao redor da região escura.

A microestrutura do lingote bruto é formada por uma matriz de perlita hipereutetóide com formações aciculares de cementita.

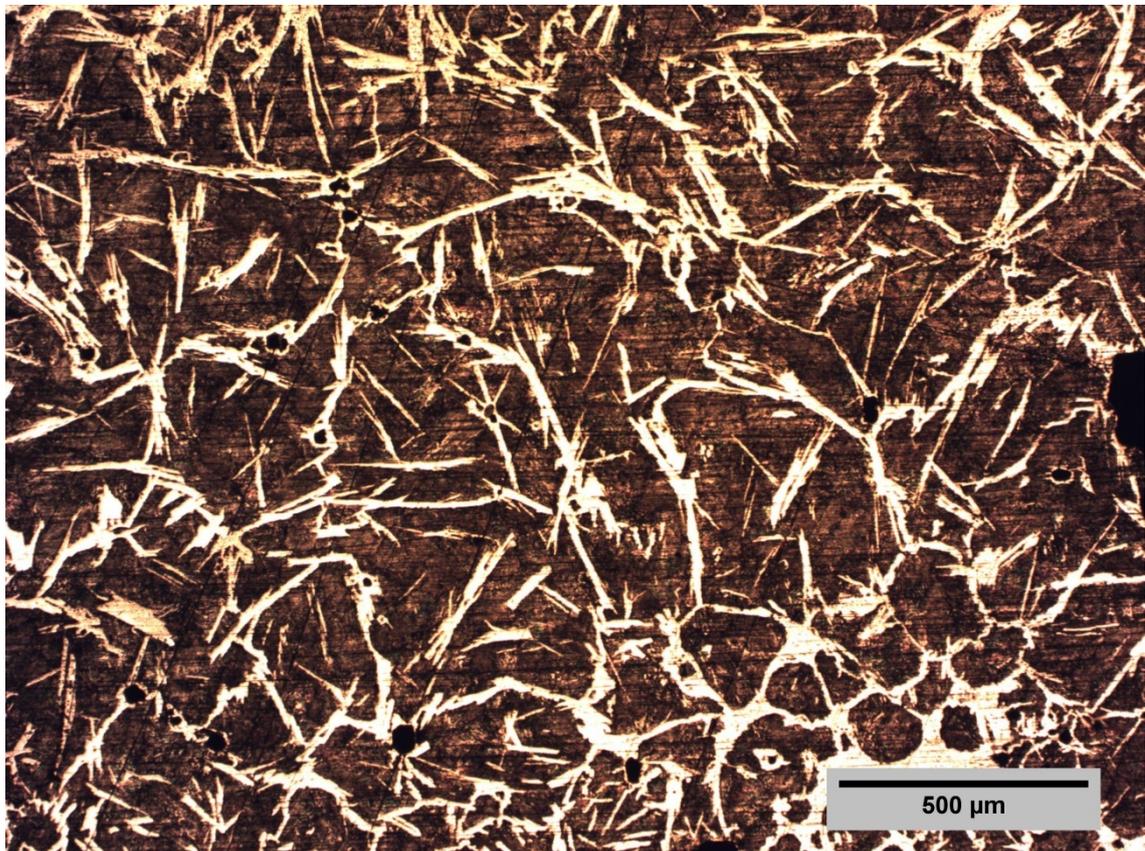


Figura 46: Wootz experimento 2, lingote bruto aumento de 50x microscópio óptico.

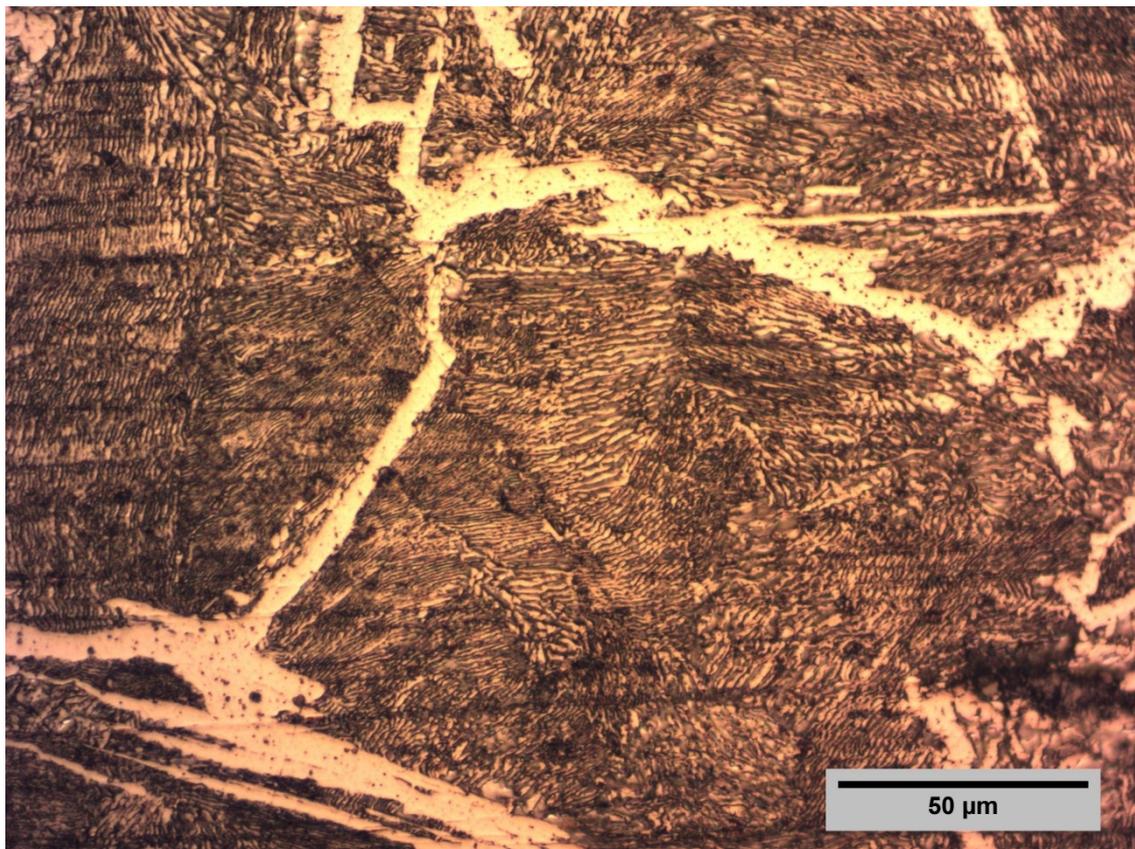


Figura 47: Wootz experimento 2, lingote bruto, aumento de 500x, microscópio óptico.

Durante o forjamento da amostra se observou que inicialmente o lingote apresentava grande resistência à deformação, o que se diminuía com alguns ciclos de leve forjamento, e então o material começava a apresentar menor resistência e maior deformação com cada ciclo de forjamento, como previsto pelo processo de quebra e esferoidização dos núcleos de cementita.

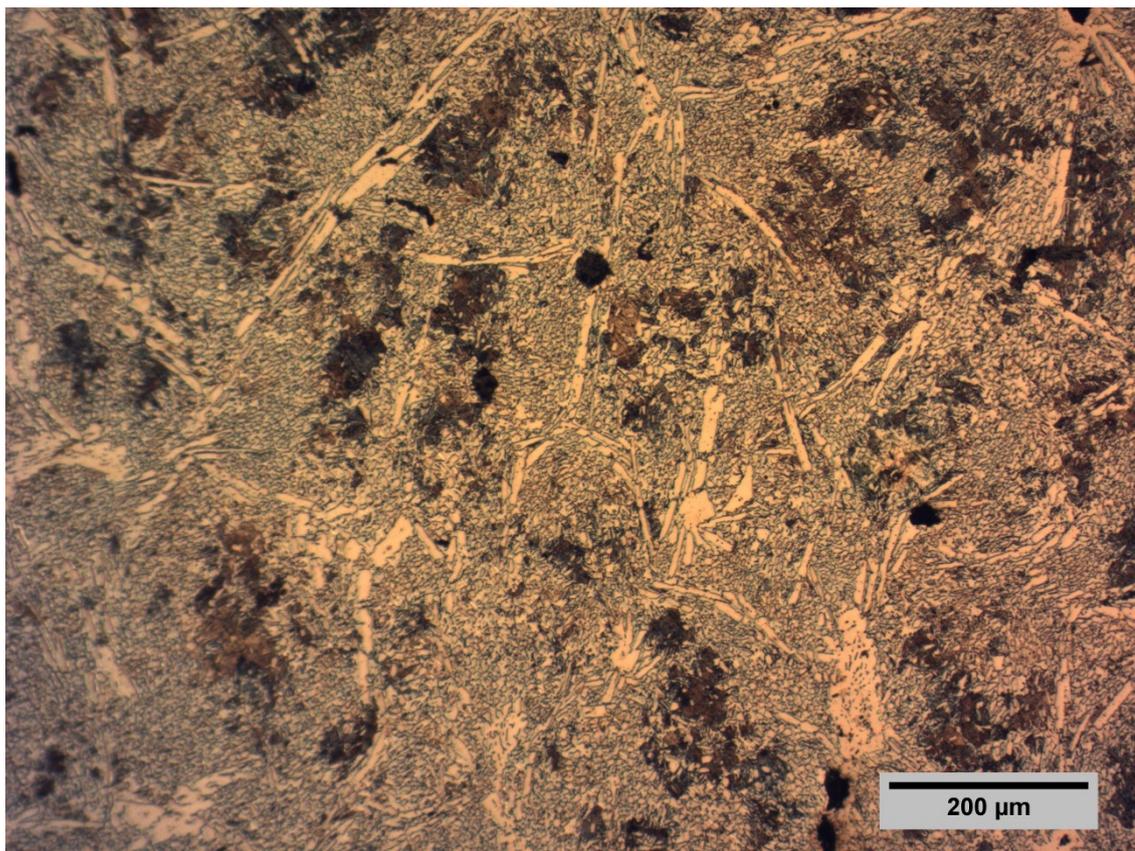


Figura 48: Wootz experimento 2, após forjamento, aumento de 100x, microscópio óptico.

Como visto na Figura 48, a cementita que se se apresentava anteriormente em formações aciculares foi quebrada e começou a se esferoidizar, mas devido à pouca manipulação da geometria da amostra as esferas de cementita não se alinharam como acontece na microestrutura do wootz como visto na Figura 11.

Além da cementita vista na microestrutura da amostra, foi observado no MEV que as inclusões da amostra são constituídas de grafite, sendo duas as possibilidades: sobra da grafite adicionada ao processo e difusão incompleta ou a grafitização, atingindo a forma estável do carbono devido ao grande tempo de permanência na faixa de temperatura da formação da fase grafita.

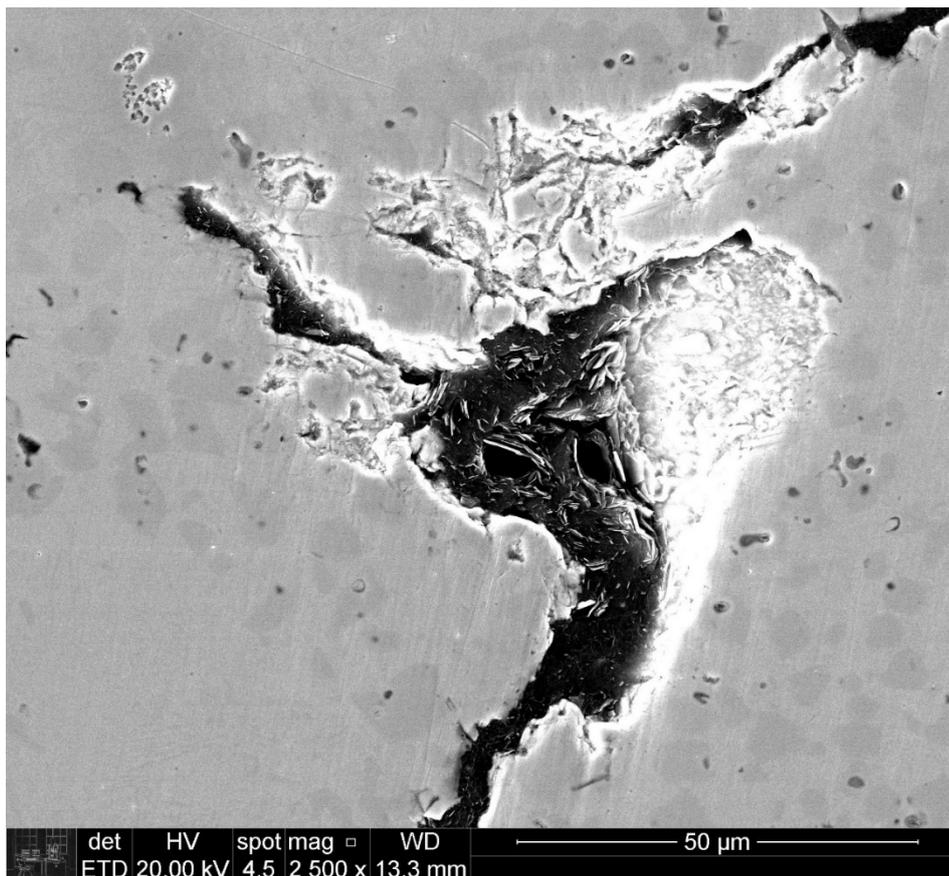


Figura 49: Inclusão de grafite na amostra 2.

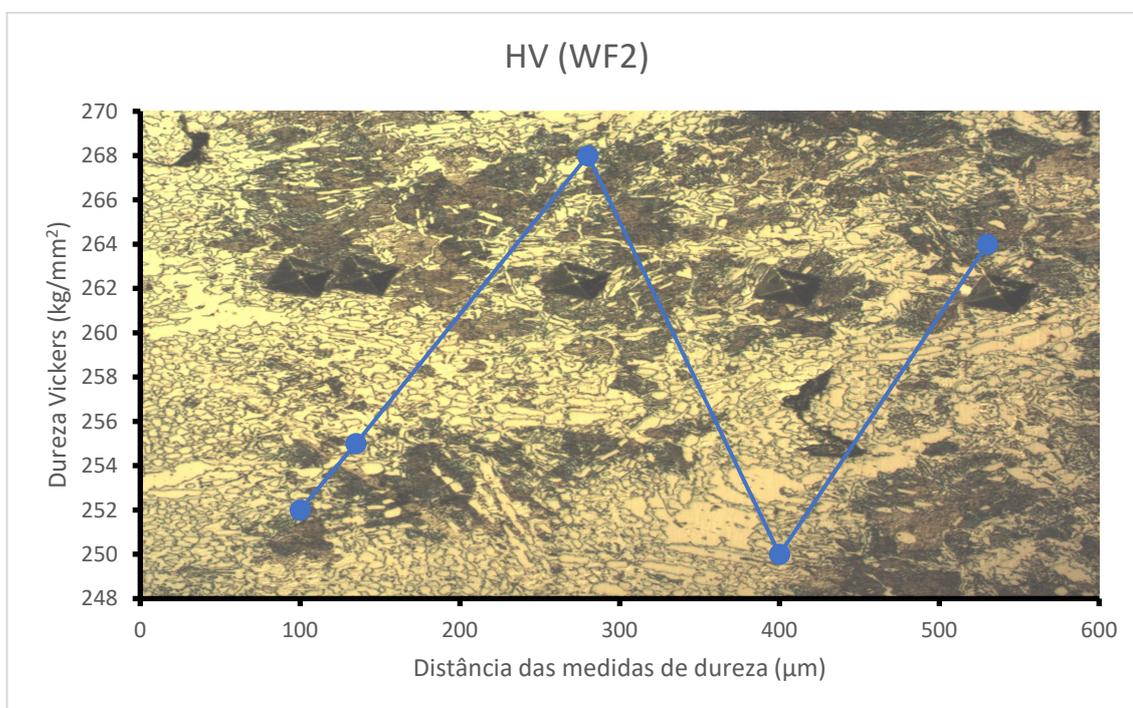


Figura 50: Dureza vickers em relação à microestrutura amostra WF 2 (aumento 100x).

5.4 Wootz Experimento 3

A terceira amostra de wootz apresentou a maior quantidade de porosidade de todas as amostras, e uma pequena faixa com boa densificação na região inferior do lingote, onde na estrutura bruta após retirada do forno apresenta uma microestrutura similar às outras amostras, com grandes faixas de cementita em forma acicular segregada nos contornos de grão, e uma matriz Perlítica muito fina.

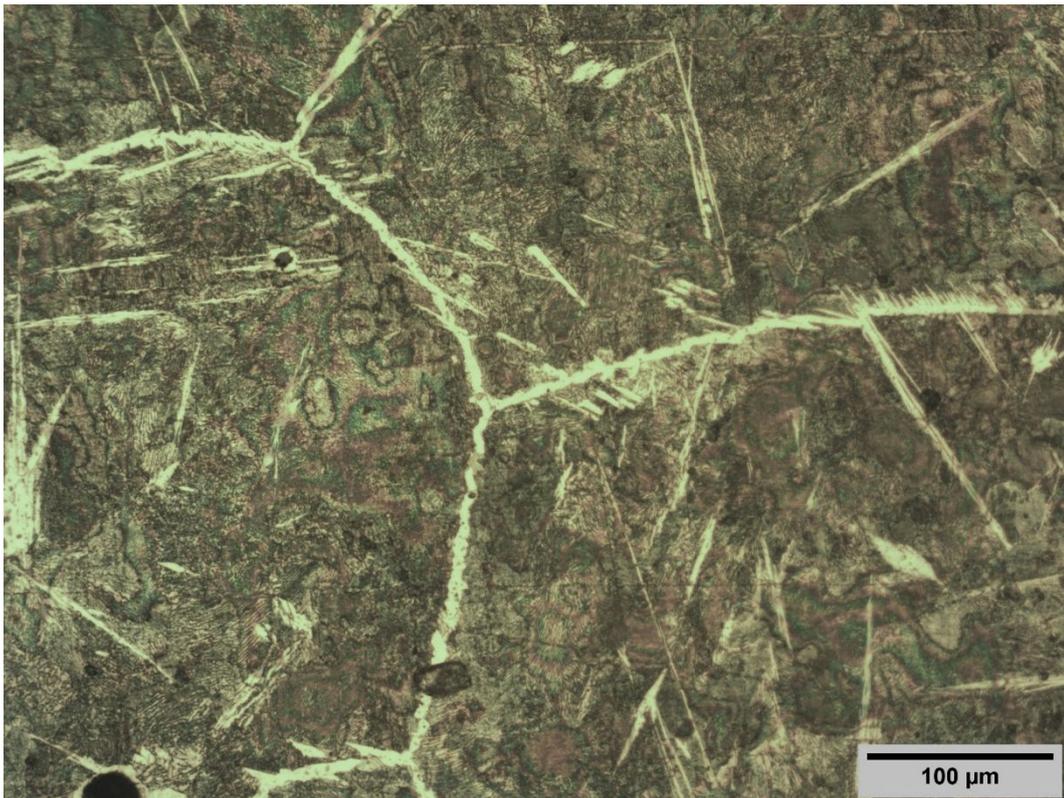


Figura 51: Amostra WB 3, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico.

Após o forjamento a amostra apresentou como no experimento 2 a fratura das grandes agulhas de cementita, mas também uma maior homogeneização da microestrutura, com esferoidização da cementita e diminuição da fase Perlítica.

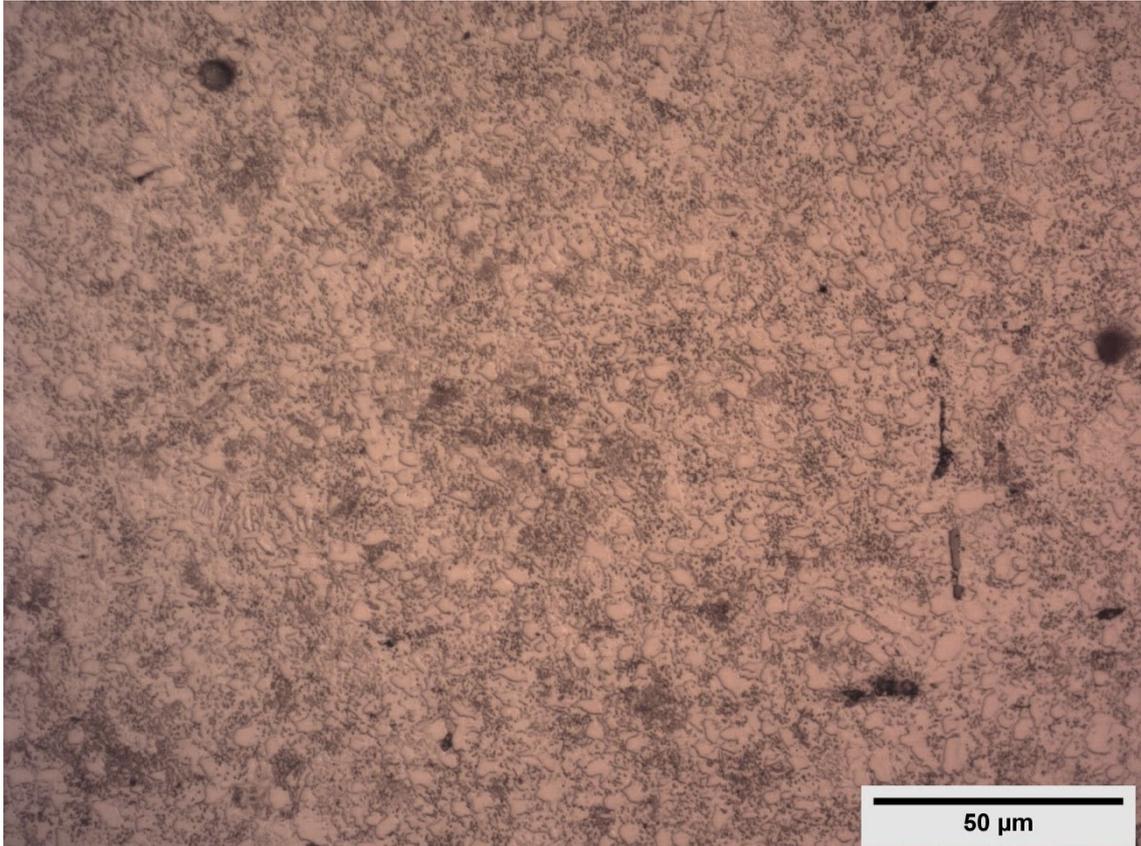


Figura 52: Amostra WF 3, ataque Nital 2%, aumento 500x microscópio óptico.

A amostra após o forjamento apresentou uma microdureza média de 207.8HV, e a amostra bruta uma média de 1025.5HV.

A análise das inclusões mostrou que o vidro usado como fluxo migrou para os espaços vazios dentro da amostra, resultantes do processo ser feito em uma temperatura muito baixa para se obter uma boa densificação do material, em conjunto com a falta de compactação mecânica do pó antes do fechamento do cadinho. A composição da inclusão foi feita por EDS, mostrando grandes quantidades de Si, Na, Ca e O, elementos que dentro do experimento só podem ser provenientes do vidro utilizado como fluxo

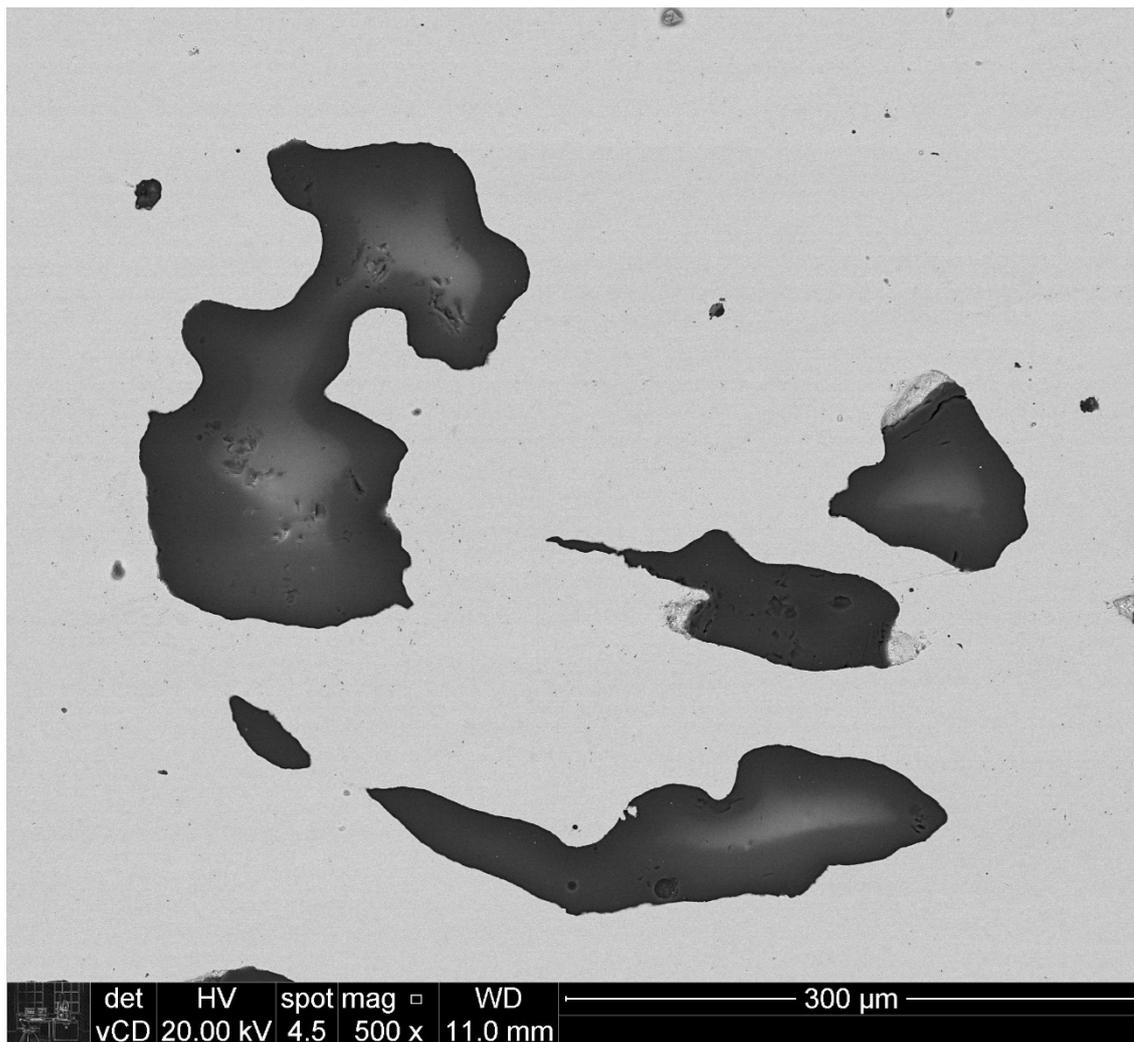


Figura 53: Inclusões de vidro em matriz de aço na amostra 3.

5.5 Wootz experimento 4

A quarta amostra de wootz também apresentou grande quantidade de porosidade com poros maiores e distribuídos relativamente uniforme no interior da amostra, onde na estrutura bruta após retirada do forno apresenta uma microestrutura similar às outras amostras, mas com variações dentro do mesmo lingote, com grandes faixas de cementita em forma acicular segregada nos contornos de grão, e uma matriz Perlítica muito fina, e outra com cementita também em forma acicular no interior dos grãos.

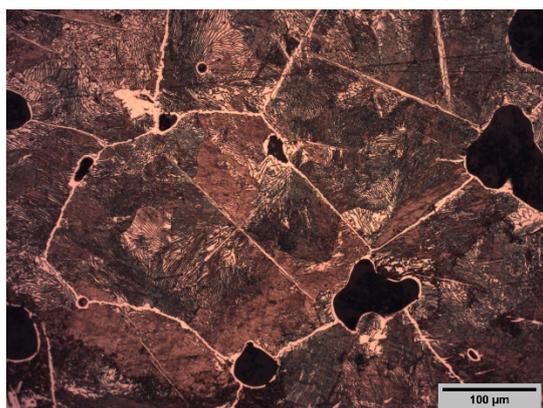


Figura 54: Amostra WB 4, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico, região (a).

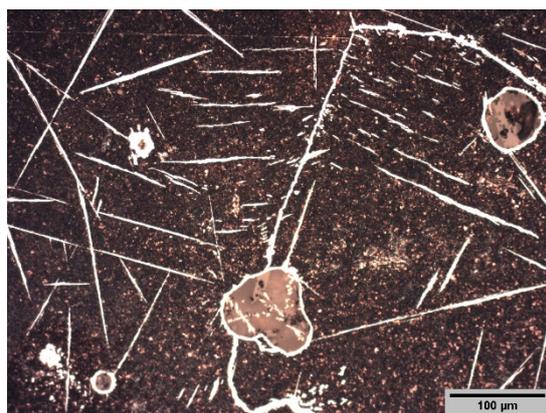


Figura 55: Amostra WB 4, ataque Nital 2%, aumento 200x microscópio óptico, região (b).

A não homogeneidade da amostra 4 foi também observada após o forjamento, com acúmulo de cementita pronunciado em algumas regiões, como visto na Figura 56, a cementita no contorno de grão começou o processo de fratura e esferoidização e também se observa cementita divorciada no interior do grão.

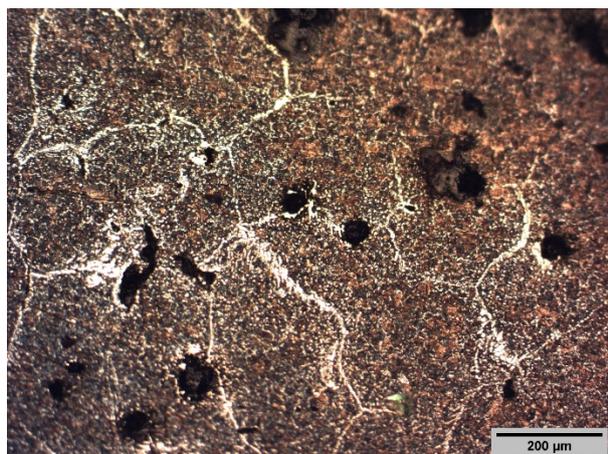


Figura 56: WF4, ataque 2% de Nital e aumento de 100x

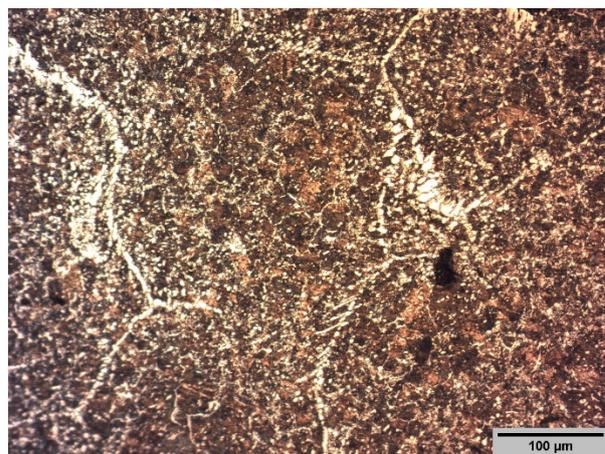
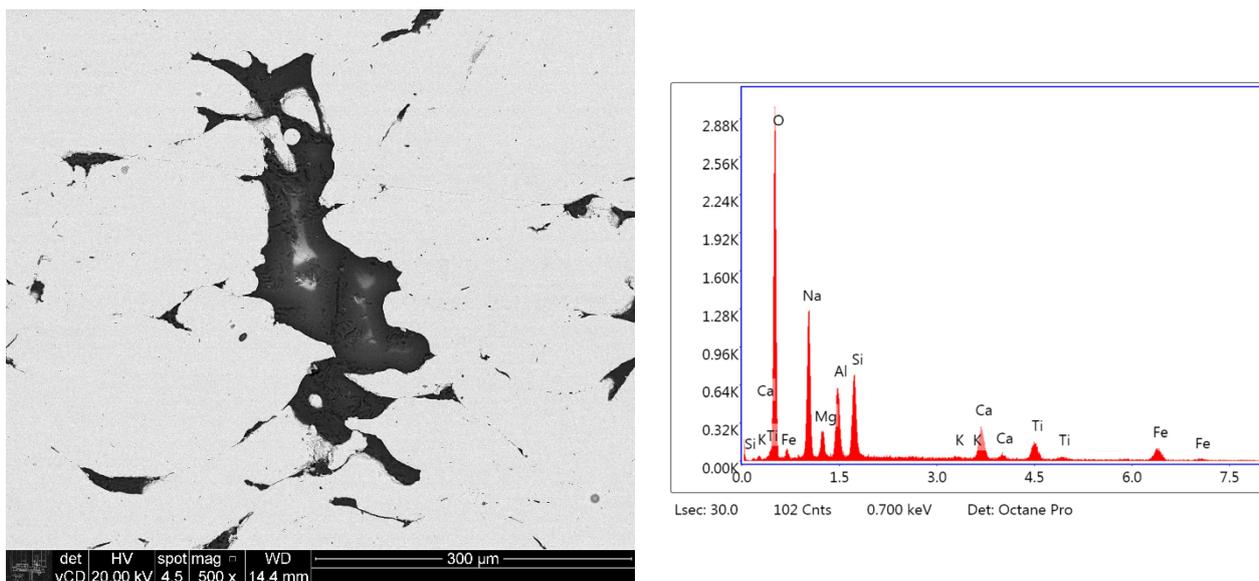


Figura 57: WF4, ataque 2% de Nital e aumento de 200x



A análise da inclusão por EDS mostra a presença de elementos como Si, Na, que são provenientes do vidro e do bórax usado como fluxo, Al que pode ter se desprendido da parede do cadinho ou da massa de alumina utilizada para fechamento, mas o que não se esperava é a presença de Ti, o qual a única fonte possível do pigmento branco da folha de papel utilizada como camada separadora entre o vidro e a massa de fechamento do cadinho.

5.6 Wootz Experimento 5

O lingote produzido apresentou cerca de 5% de porosidade, distribuída uniformemente por todo volume, mas apresentou ao todo a melhor aparência entre todas as amostras.

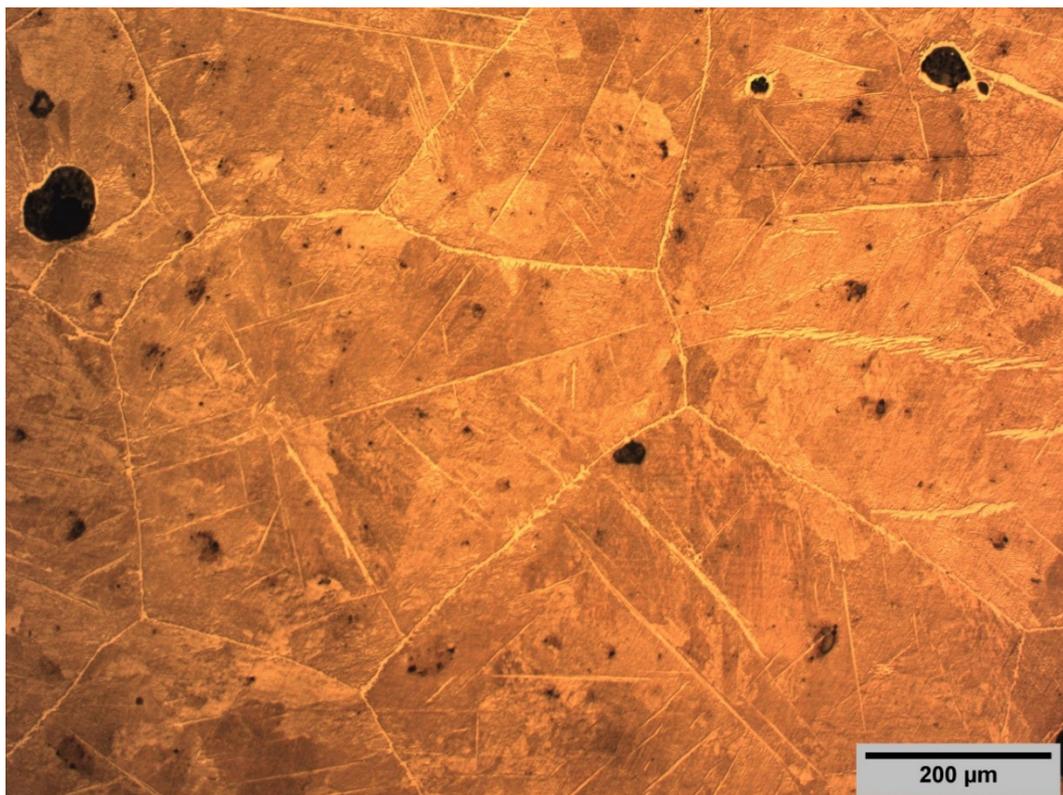


Figura 58: Amostra WB 3, ataque Nital 2%, aumento 100x microscópio óptico.

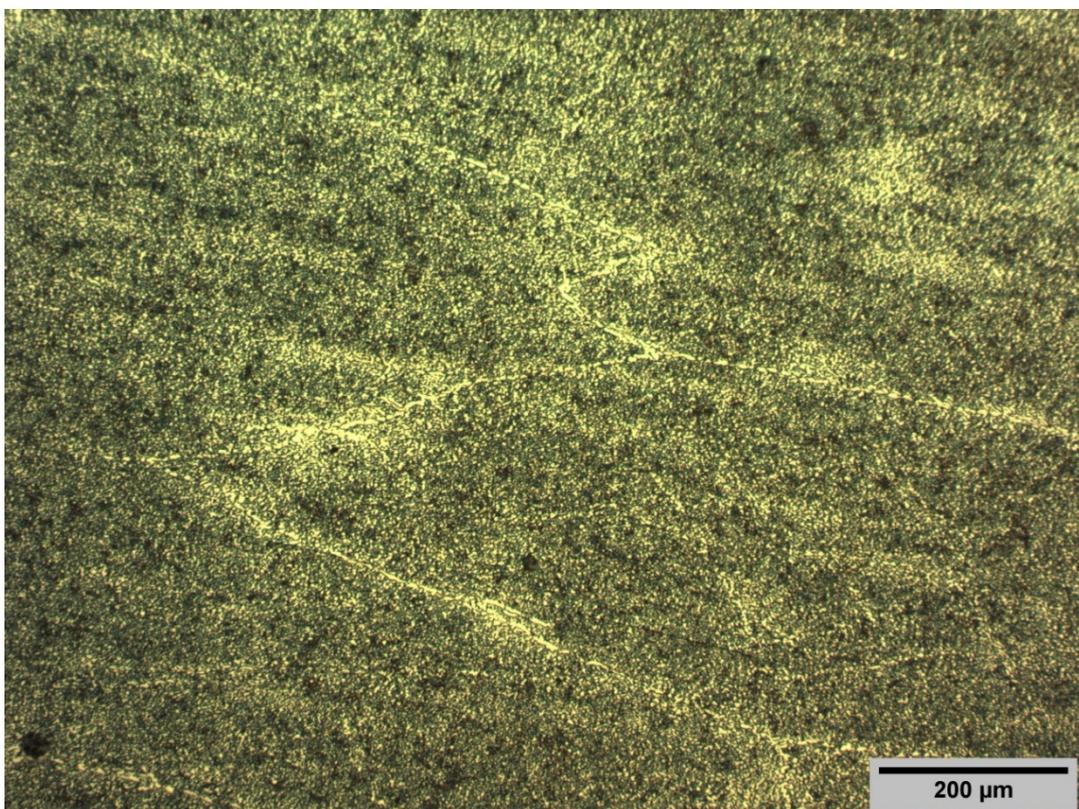


Figura 59: Amostra WF 5, ataque Nital 2%, aumento 100x microscópio óptico.

Foi observado durante o processo de forjamento que após os primeiros ciclos de forjamento a amostra passou a ter deformação plástica perceptivelmente maior que nos ciclos anteriores, corroborando com o processo de fratura e esferoidização dos carbonetos, onde o material entra no regime superplástico dentro da temperatura de forjamento.

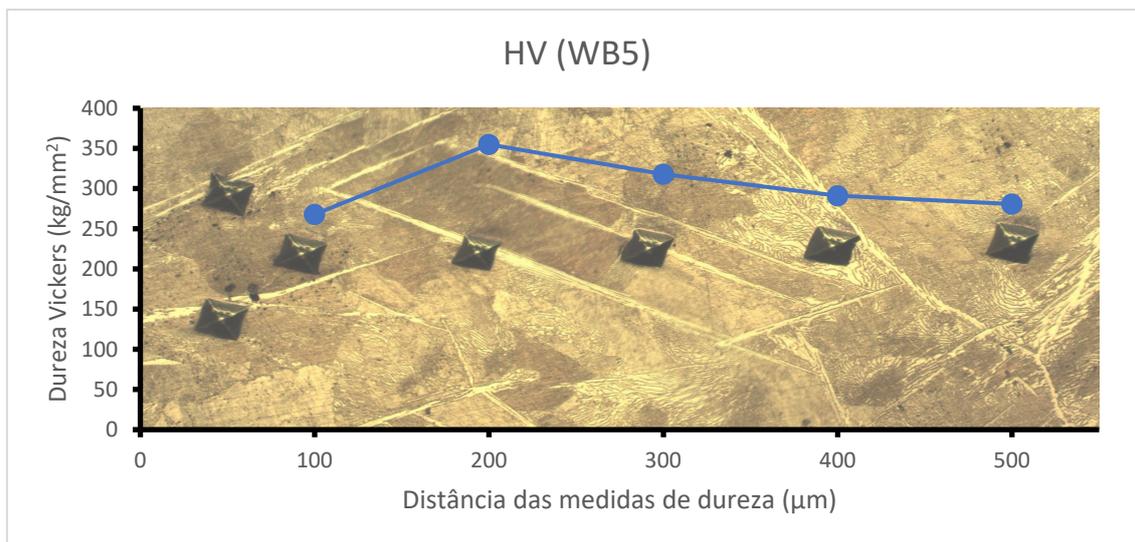


Figura 60: Dureza Vickers da amostra WB 5 pela posição das endentações em μm

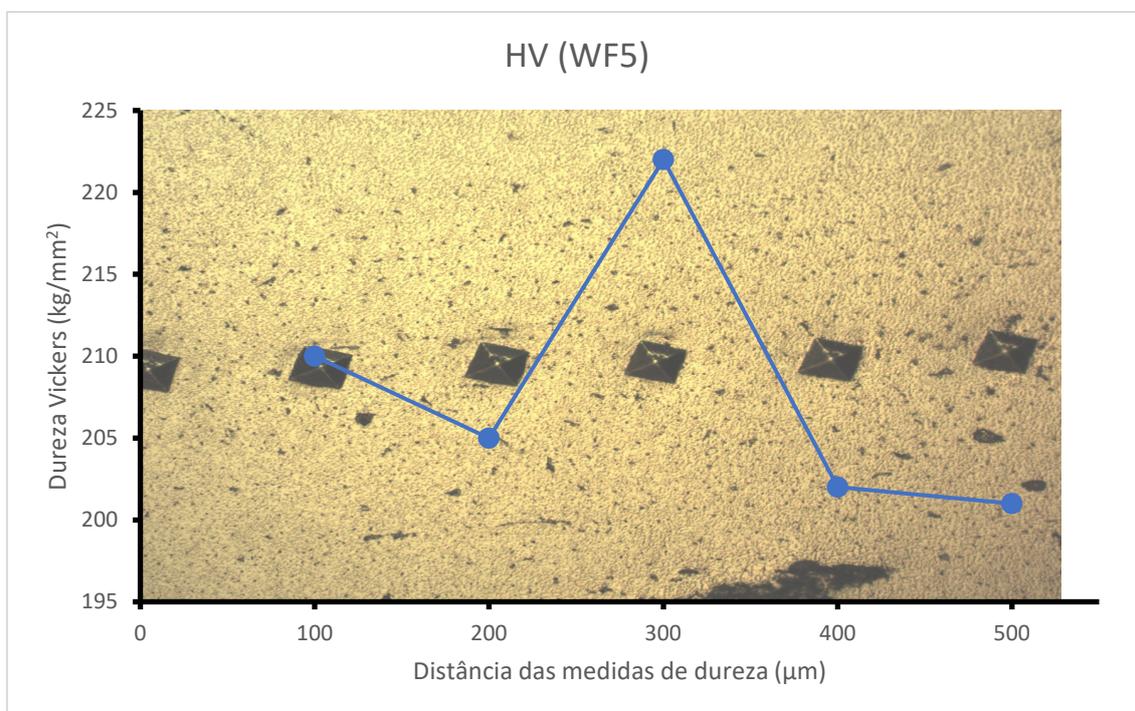


Figura 61: Dureza Vickers da amostra WF 5 pela posição das endentações em μm

Antecedendo o forjamento a amostra foi submetida a 4 ciclos térmicos.

Após o forjamento pelo fato da matriz se tornar ferrítica pela dissociação eutetóide divorciada os contornos de grão não estavam visíveis pela microscopia óptica, mas pelo ensaio de EBSD foi determinado o tamanho de grão médio da ordem de 10 μm , como visto na Figura 62.

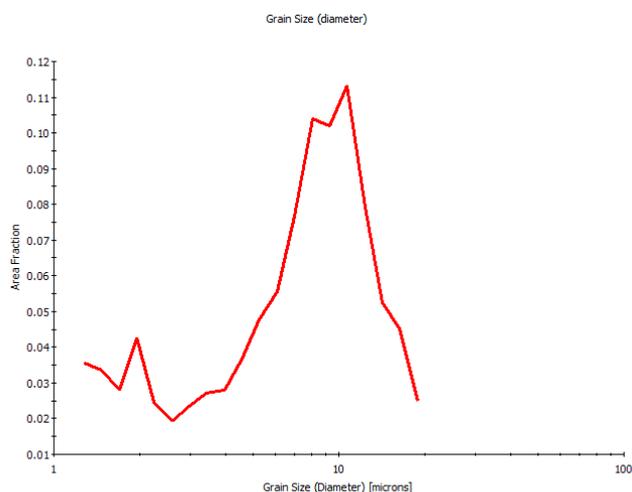


Figura 62: Distribuição de tamanho de grão da amostra WF5

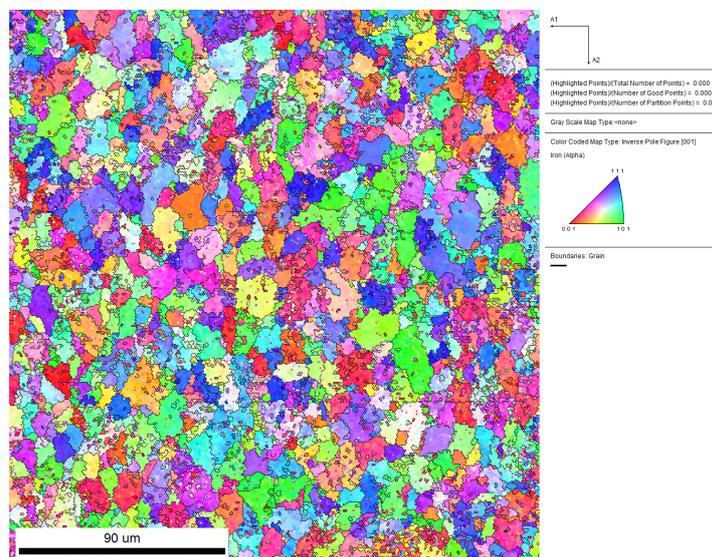


Figura 63: Imagem EBSD da amostra WF 5

5.7 Wootz Experimento 6

O primeiro fato notável desse experimento foi a temperatura medida do cadinho durante a corrida, onde se alcançou temperaturas variando entre 1480°C e 1550°C medidas com o pirômetro óptico através da abertura no topo do forno. O tempo prolongado à temperatura acima da liquidus é necessário para que todas as reações gasosas acontecendo possam se completar para que não haja bolhas presas no material após a solidificação, um indício de que todas as reações gasosas foram completas é a observação da camada de vidro após o resfriamento do cadinho, onde a aparência lisa denota que não havia mais gases escapando no momento da solidificação, como visto na Figura 64 o vidro apresenta poucas bolhas, com a maior

parte da superfície lisa, mostrando que a solidificação aconteceu ao fim das reações gasosas.



Figura 64: Inspeção do cadinho após resfriamento total.

Com o resfriamento lento dentro do forno o vazio de contração foi minimizado ao máximo, produzindo um lingote com um mínimo de porosidade perto da superfície de contato com o vidro (Figura 66), sendo assim obtendo um lingote com praticamente todo volume de aço utilizável.



Figura 65: Vista inferior do lingote WB 6.



Figura 66: Vista Superior do lingote WB 6.

A microestrutura vista no lingote bruto apresentou uma formação com semelhanças ao ferro fundido vermicular, com grandes formações claras compridas e arredondadas em uma matriz Perlítica muito fina (Figura 68). A morfologia da cementita aparenta que sua formação foi consequência da segregação durante a solidificação, onde o sólido formado tem menor solubilidade de Carbono e a fase líquida restante tem a concentração de carbono sendo elevada, então quando o líquido Inter dendrítico se solidifica ele forma a cementita por ter maior proporção de carbono em solução.

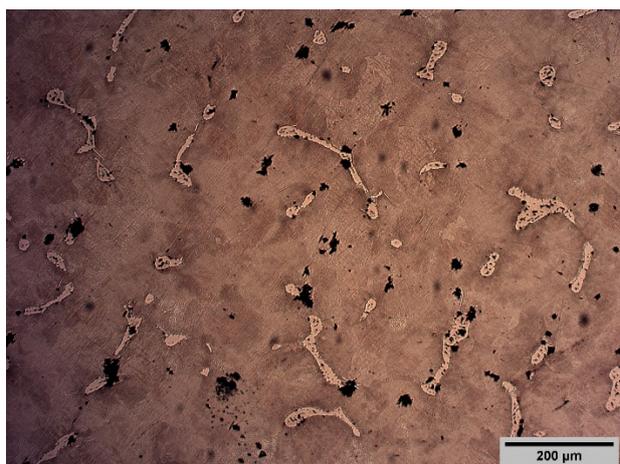


Figura 67: Micrografia WB 6 ataque Nital 2% aumento 100x.

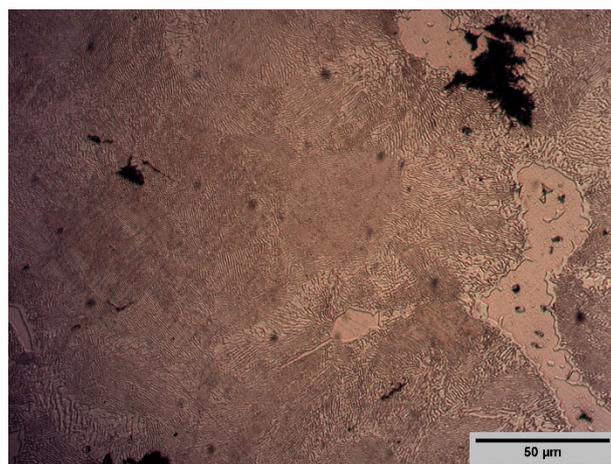


Figura 68: Micrografia WB 6 ataque Nital 2% aumento 500x.

A análise de microdureza (Figura 69) mostra a diferença de dureza entre as fases, sendo a matriz Perlítica com uma grande homogeneidade de dureza entre 200 e 300 HV e a cementita com dureza muito maior, mas com valor não representativo por causa da área da região da fase ser menor que a endentação. Isso mostra a vantagem de um meso compósito para fabricação de instrumentos cortantes, com uma matriz tenaz e partículas com alta dureza e resistentes ao cisalhamento como a perlita, mas reforçando o fato de ser necessário que as partículas sejam o mais próximas possível do formato esférico para que não ocorra trincas na interface das fases e se espalhe pelo material.

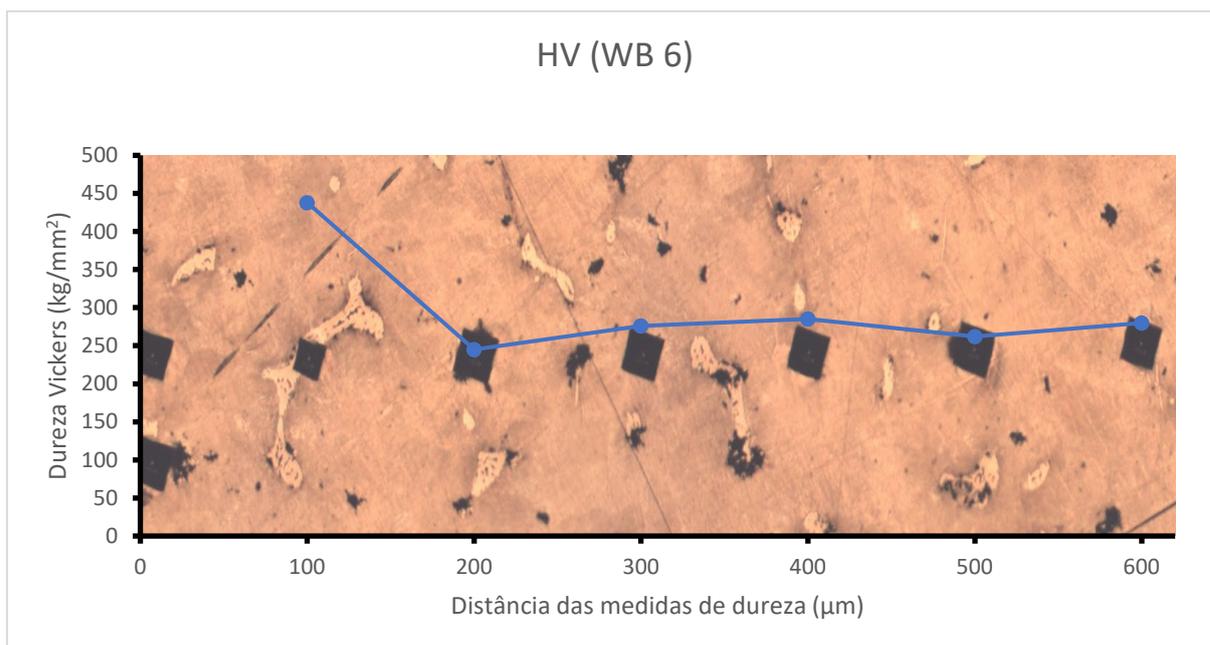


Figura 69: Relação de microdureza vickers com a microestrutura.

O forjamento do aço apresentou grande dificuldade, após a descarbonetação da superfície e 5 ciclos de aquecimento e resfriamento para esferoidização da cementita o forjamento começou e como esperado o material no início sofre pouca deformação sob o martelo, mas após alguns ciclos de forjamento a deformação aumenta consideravelmente, com um problema por causa da geometria da amostra, que devido ao tamanho grande entre a bigorna e o martelo a região mais próxima à bigorna perde calor mais rapidamente fazendo com que a maior parte da deformação plástica ocorra na região próxima ao martelo, dificultando a manipulação homogênea da barra, e também acarretando em trincas na região mais fria em contato com a bigorna por ser trabalhada em uma temperatura menor.

Após 25 ciclos de forjamento uma grande trinca começou a aparecer na parte da amostra em contato com a bigorna e muitas outras trincas superficiais pela lateral da amostra, levando a ideia de que o erro foi trabalhar em temperaturas muito baixas que levam a acontecer trincas.

Mesmo após apenas 29 ciclos de forjamento já pode se observar o começo da esferoidização da cementita, com a divisão de algumas formações grandes de cementita e também pelo processo de transformação eutetóide divorciada, gerando cementita esferoidizada a partir da perlíta, como visto na Figura 70.

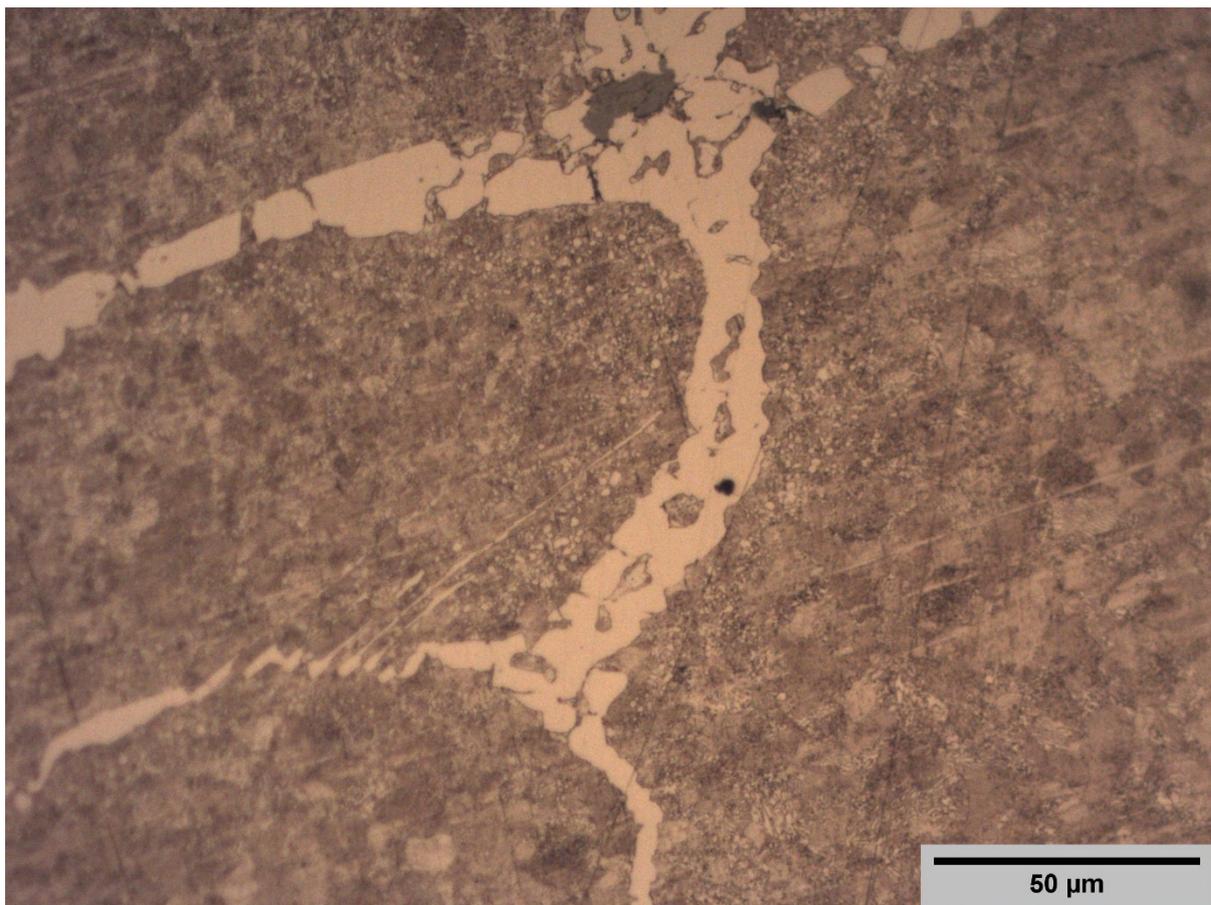


Figura 70: Micrografia WF 6, ataque Nital 2%, aumento de 500x.

5.8 Ensaios de Teor de Carbono

5.8.1 Ensaio de Fagulha

O ensaio apresentou resultados muito satisfatórios, com baixo desvio padrão entre as medidas dentro de cada grupo de amostras, demonstrando uma boa confiabilidade no método, e a curva de calibração obtida pela interpolação logarítmica dos valores obtidos nos testes dos aços de teores de carbono conhecidos teve um bom encaixe com $R^2=0.9726$ (Figura 71), sendo que poderia ser melhorado ainda fazendo-se o teste com aços de diferentes teores de carbono, como AISI 1045, que cobriria o grande espaço entre 0.2 %C e 0.75 %C e também aços com teores maiores que 1 %C.

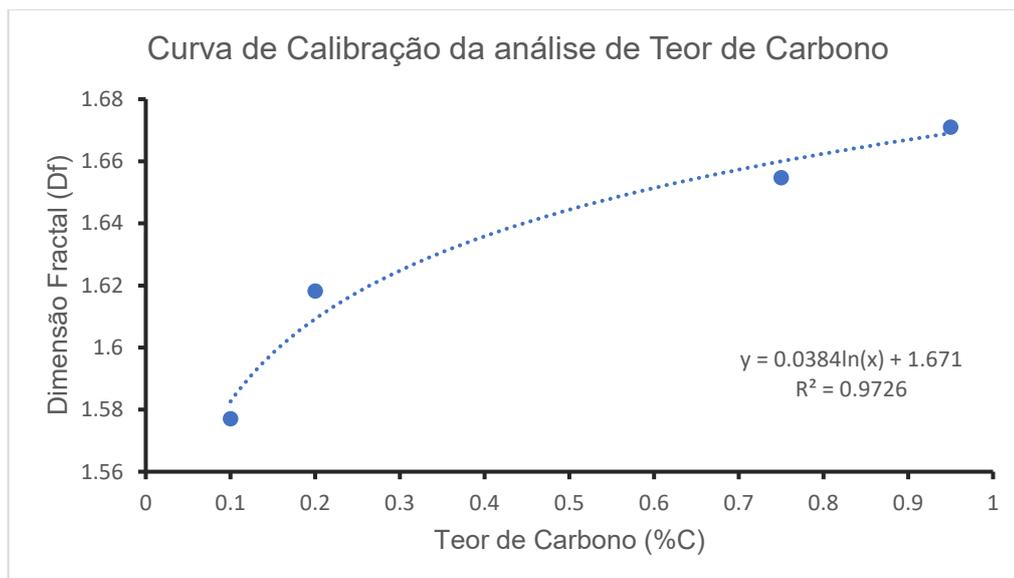


Figura 71: Curva de calibração do ensaio de fagulha.

Os resultados obtidos foram também comparados com teores de carbono calculados pela relação de perlita e cementita na microestrutura do aço recozido para melhor validação, visto na Tabela 1.

Tabela 2: Medidas de teor de Carbono.

Amostra	Ensaio de Fagulha	Análise Microestrutural
Wootz 2	1.79	1.89
Wootz 3	1.37	1.43
Wootz 4	1.16	1.17
Wootz 5	1.42	1.23
Wootz 6	1.18	1.27

6 Conclusões

A produção de aço de Damasco pode ser considerado uma arte, pois é muito dependente da habilidade do artesão, e como historicamente a produção de aço na idade média foi um conhecimento desenvolvido e passado através de gerações é necessário o refinamento da técnica. A fabricação de aço de ultra alto carbono abaixo da temperatura de fusão é possível, mas não gera um produto final livre de porosidade

como o fabricado levando-se a carga ao estado líquido, mas apesar da porosidade demonstra uma microestrutura muito similar ao esperado de um Wootz, e também é observada a superplasticidade após a esferoidização dos carbonetos, que ajuda no processo de forjamento. Contudo não foi atingido o padrão damasceno macroscópico esperado.

Os compósitos de aço são interessantes pela característica de uma matriz tenaz com componentes mais duros, sendo que para o damasco caldeado a homogeneidade das propriedades dependem da quantidade e dimensão das camadas, e no wootz com a cementita esferoidizada tem-se uma boa homogeneidade até a escala micro.

7 Referências

DENG, K. et al. Spark testing to measure carbon content in carbon steels based on fractal box counting. **Measurement**, v. 133, p. 77–80, 2019.

DURAND-CHARRE, M.; ROUSSEL-DHERBEY, F.; COINDEAU, S. Les aciers damassés décryptés. **Revue de Métallurgie**, v. 107, n. 4, p. 131–143, 2010.

EMBURY, D.; BOUAZIZ, O. Steel-Based Composites: Driving Forces and Classifications. **Annual Review of Materials Research**, v. 40, n. 1, p. 213–241, 2010.

FEUERBACH, A. **Crucible Damascus steel: A fascination for almost 2,000 years**JOM, 2006.

GREENER, W. W. **The Gun and its Development**. 9. ed. [s.l: s.n.].

KHORASANI, M. M.; HYNNINEN, N. Reproducing crucible steel: A practical guide and a comparative analysis to persian manuscripts. **Gladius**, v. 33, p. 157–192, 2013.

LACEY, B.; BROOKS, C. R. Microstructural analysis of a “welded damascus” knife blade billet. **Materials Characterization**, v. 29, n. 2, p. 243–248, 1992.

MATERIALS, T.; COMPANY, I. Thermoreactive Deposition/Diffusion Process for Surface Hardening of Steels. **Steel Heat Treating Fundamentals and Processes**, p. 725–740, 2018.

MOSHTAGH KHORASANI, M.; HYNNINEN, N. Reproducing crucible steel: a practical guide and a comparative analysis to persian manuscripts. **Gladius**, v. 33, n. 0, p. 157–192, 2013.

NIEH, T. G.; WADSWORTH, J.; SHERBY, O. D. **Superplasticity in metals and ceramics**. [s.l.] Cambridge University Press, 1997.

PERTTULA, J. Reproduced wootz Damascus steel. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, v. 30, n. 2, p. 65–68, 2001.

SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J. Ultrahigh Carbon Steels , Damascus Steel % and Superplasticity This paper was prepared for submittal to the 9th International Metallurgical and Materials Congress. 1997.

SLAUGHTER, C. **Espada de Damasco. Um Produto da Civilização Islâmica**. [s.l.] University of São Paulo, 2014.

SUKHANOV, D. A.; ARKHANGEL'SKII, L. B.; PLOTNIKOVA, N. V. Nature of Angular Carbides in Damascus Steel. **Metallurgist**, v. 61, n. 1–2, p. 40–46, 2017.

THOMPSON, S. W.; HOWELL, P. R. Factors influencing ferrite/pearlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel. **Materials Science and Technology**, v. 8, n. 9, p. 777–784, 1992.

VERHOEVEN, J. D.; GIBSON, E. D. The divorced eutectoid transformation in steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 29, n. 4, p. 1181–1189, 1998.

VERHOEVEN, J. D.; PENDRAY, A. H.; DAUKSCH, W. E. The key role of impurities in ancient damascus steel blades. **Jom**, v. 50, n. September, p. 58–64, 1998.

VERHOEVEN, J. D.; PETERSON, D. T. What is a Damscus Steel ? **Materials Characterization**, v. 341, p. 335–341, 1992.

WADSWORTH, J. Connections: Superplasticity, Damascus Steels, Laminated Steels, and Carbon Dating. **JOM**, v. 68, n. 12, p. 3150–3160, 2016.

WADSWORTH, J.; SHERBY, O. D. ON THE BULAT DAMASCUS STEELS REVISITED. **Progress in Materials Science**, v. 25, p. 35–68, 1980.

8 Apêndice A

8.1 Construção do forno a gás

O forno foi feito com o propósito de auxiliar no processo clássico de forjamento do material, e aprendizado das técnicas e arte de trabalho com metal como ferreiro e couteleiro, mas o forno se tornou parte maior do projeto como um todo, se estudando a viabilidade de ser utilizado para produção completa do wootz e também do caldeamento para se obter o padrão damasceno.

8.1.1 Projeto

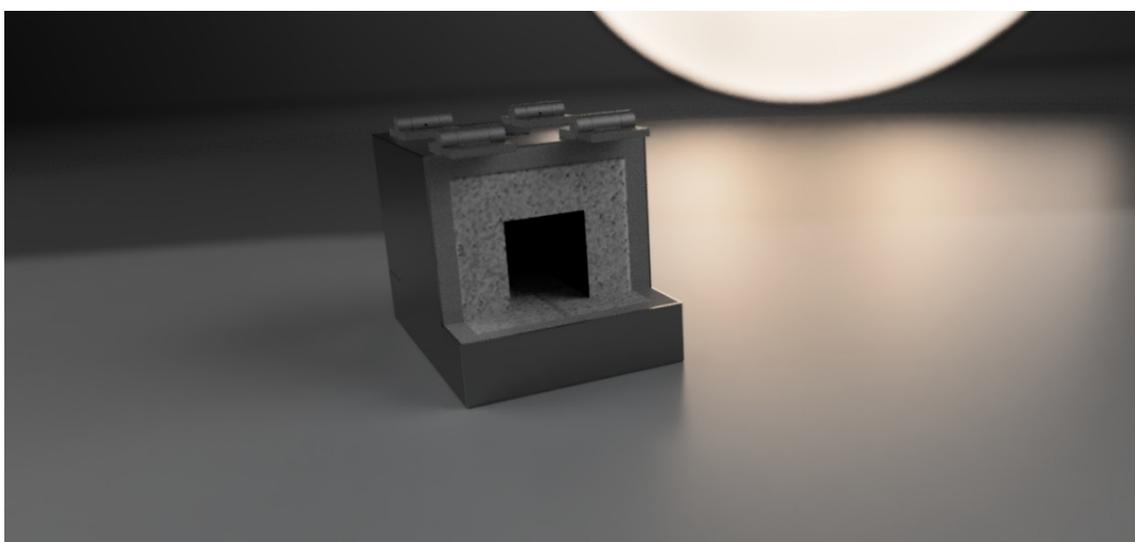


Figura 72: Projeto em CAD do forno

8.1.1.1 O queimador

Feito com uma composição de peças comerciais de encanamento de aço galvanizado, onde uma luva redutora de $1\frac{1}{2}$ para $\frac{3}{4}$ de polegadas foi modificado para se tornar o queimador de efeito Venturi, com controle de entrada de ar para o controle de temperatura de queima do gás.



Figura 73: Misturador de gás e controle de ar do queimador.

8.1.1.2 O isolamento térmico

O isolamento térmico foi composto em duas camadas, uma de manta cerâmica e outra com uma mistura de tijolos de alumino-silicato e ferro-silicato, com a intenção de grande isolamento térmico nas paredes e teto do forno para aumentar a eficiência térmica e diminuir o gasto de combustível para manutenção da temperatura, e uma maior massa térmica no chão do forno para melhor homogeneização da temperatura transferida para a peça a ser aquecida.

A manta de fibra cerâmica utilizada foi do tipo HP de densidade 64kg/m^3 classificada para trabalho a 1315°C , o tijolo isolante sílico-aluminoso utilizado foi do tipo D-1106, classificado para trabalho a 1400°C com condutividade térmica de $0,26\text{W/K.m}$ a 400°C e o refratário para o centro do forno escolhido pela maior densidade e massa térmica do tipo AL42, com massa específica aparente de 2.10kg/m^3 , material adquirido da empresa Refratil refratários.

8.1.2 Execução



Figura 74: Preparação para soldagem da carcaça.



Figura 76: Marcação para corte das portas.



Figura 75: Carcaça do forno soldada.



Figura 77: Porta cortada e a peça para soldar na parte inferior da porta.



Figura 78: Isolamento de manta cerâmica instalada.



Figura 79: Instalação completa dos refratários.

8.2 Fabricação forno poço a gás

O forno poço foi feito para aquecimento de cadinhos, que é mais eficiente pela geometria cilíndrica com a chama do queimador direcionada tangencialmente ao refratário, gerando um turbilhonamento da chama ao redor do cadinho e um aquecimento homogêneo de toda a superfície.

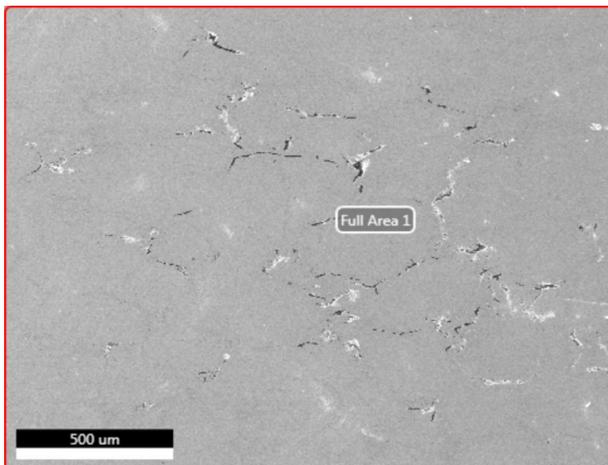
A estrutura foi feita a partir de um botijão de gás P13 cortado, próximo ao topo para formação de uma tampa, e então revestido por manta cerâmica e tijolos aluminossilicoso com 75% de alumina, cortados em formato prismático para formar uma casca cilíndrica como visto nas imagens a seguir.



9 Anexos A

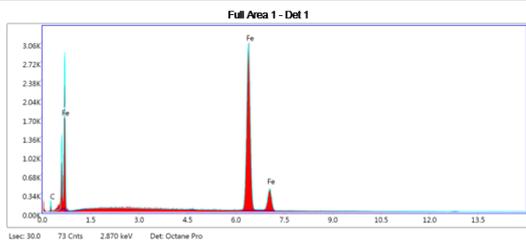
9.1 Relatórios de EDS

9.1.1 Amostra Wootz 2



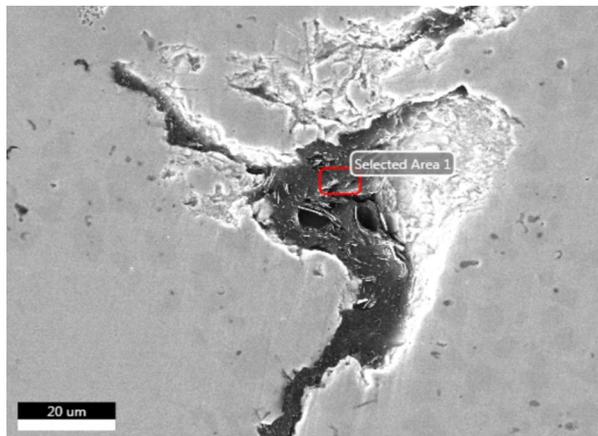
Full Area 1

KV: 20 Mag:136 Takeoff: 37 Live Time(s): 30 Amp Time(us): 7.68 Resolution:(eV)12



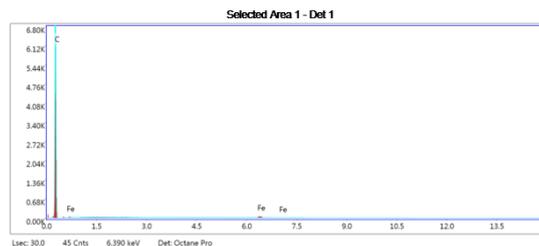
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	5.44	21.09	21.86	13.84	0.0155	1.2960	0.2200	1.0000
Fe K	94.56	78.91	1407.69	1.97	0.9284	0.9800	1.0016	1.0003



Selected Area 1

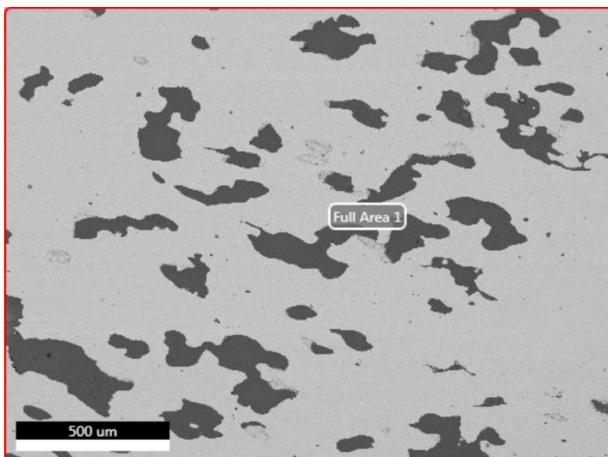
KV: 20 Mag:2265 Takeoff: 37 Live Time(s): 30 Amp Time(us): 7.68 Resolution:(eV)122.7



eZAF Smart Quant Results

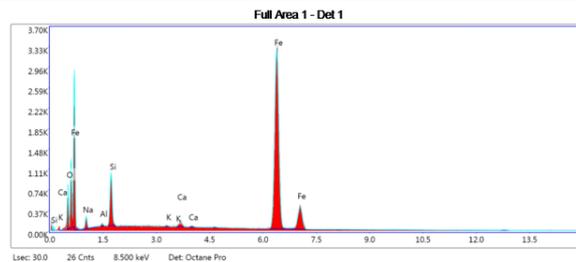
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	100.00	100.00	924.22	1.50	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000
Fe K	0.00	0.00	0.00	99.99	0.0000	0.7258	1.0264	1.4198

9.1.2 Amostra Wootz 3



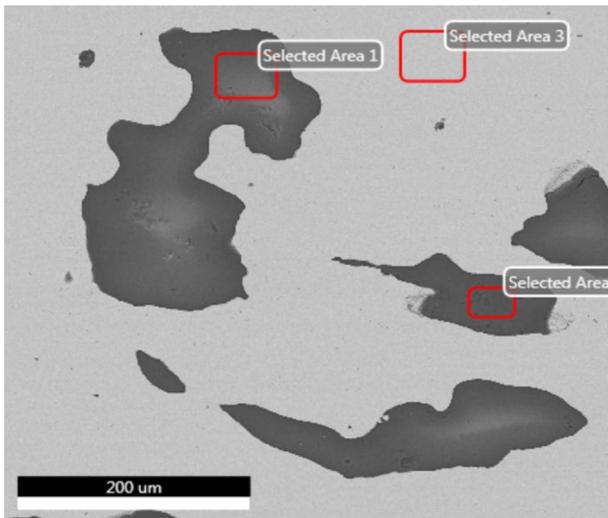
Full Area 1

KV: 20 Mag:136 Takeoff: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(us): 7.68 Resolution:(eV)122.7



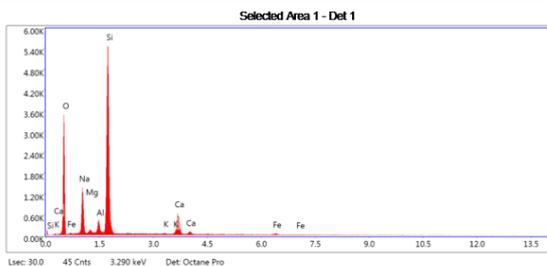
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	5.39	14.91	110.52	9.18	0.0274	1.2296	0.4137	1.0000
Na K	4.01	7.72	41.06	15.52	0.0071	1.1232	0.1568	1.0004
Al K	0.46	0.76	13.23	26.80	0.0018	1.1035	0.3521	1.0019
Si K	6.03	9.51	234.28	8.13	0.0325	1.1292	0.4764	1.0028
K K	0.15	0.17	8.24	62.02	0.0014	1.0531	0.8825	1.0271
Ca K	1.23	1.36	46.98	15.38	0.0126	1.0735	0.9196	1.0388
Fe K	82.73	65.58	1530.48	1.98	0.7990	0.9642	0.9967	1.0016



Selected Area 1

kV: 20 Mag:453 Takeoff: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution(eV):122.7

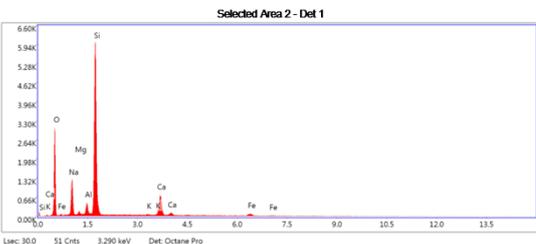


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	45.44	59.22	573.38	8.68	0.1481	1.0558	0.3087	1.0000
Fe L	1.62	0.60	5.72	22.71	0.0046	0.8292	0.3427	1.0011
Na K	13.15	11.92	280.03	8.33	0.0502	0.9599	0.3968	1.0021
Mg K	1.18	1.01	36.97	12.28	0.0052	0.9765	0.4548	1.0038
Al K	2.43	1.88	96.25	8.17	0.0136	0.9405	0.5910	1.0027
Si K	29.43	21.85	1370.55	4.54	0.1922	0.9613	0.6992	1.0018
K K	0.19	0.10	6.82	44.99	0.0016	0.8916	0.8989	1.0045
Ca K	6.56	3.41	201.16	4.13	0.0563	0.9079	0.9336	1.0018

Selected Area 2

kV: 20 Mag:453 Takeoff: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution(eV):122.7

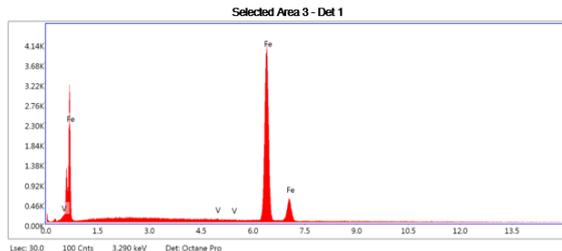


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	43.30	57.40	512.11	8.95	0.1311	1.0585	0.2860	1.0000
Fe L	1.65	0.63	5.99	26.67	0.0048	0.8314	0.3463	1.0000
Na K	12.11	11.17	262.56	8.34	0.0466	0.9625	0.3991	1.0022
Mg K	0.88	0.77	28.82	13.42	0.0040	0.9792	0.4642	1.0042
Al K	2.36	1.85	96.58	8.33	0.0135	0.9431	0.6032	1.0073
Si K	31.72	23.96	1518.54	4.40	0.2176	0.9640	0.7102	1.0021
K K	0.23	0.12	8.06	40.31	0.0019	0.8942	0.8947	1.0245
Ca K	7.75	4.10	239.43	3.81	0.0664	0.9106	0.9301	1.0118

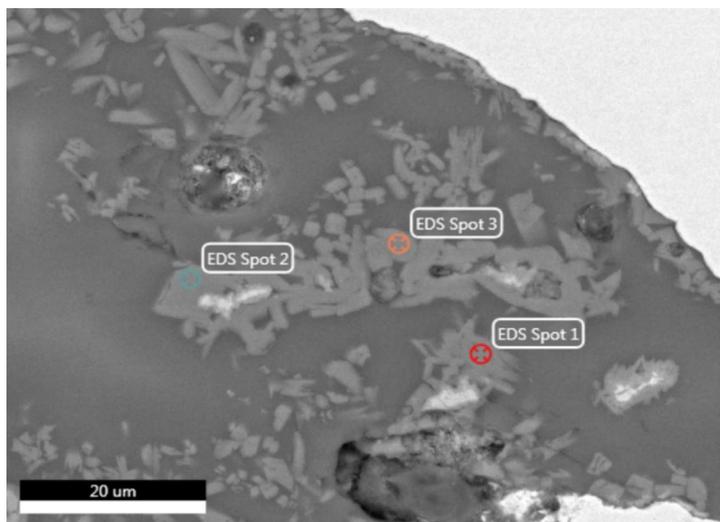
Selected Area 3

kV: 20 Mag:453 Takeoff: 35 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution(eV):122.7



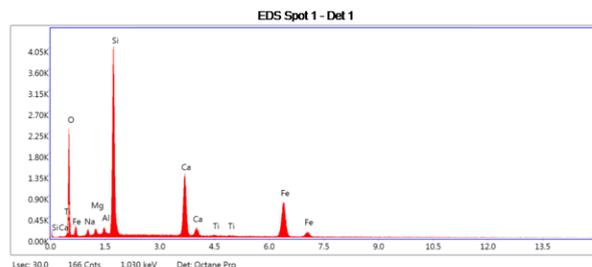
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
V K	0.52	0.57	16.96	26.46	0.0056	0.9867	0.9796	1.1155
Fe K	99.48	99.43	1896.61	1.88	0.9941	1.0001	0.9992	1.0000



EDS Spot 1

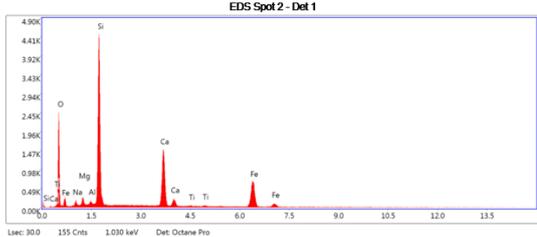
kV: 20 Mag:3625 Takeoff: 35.1 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution(eV):122.7



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	36.91	57.16	385.00	9.53	0.0986	1.0958	0.2438	1.0000
Na K	2.07	2.23	31.29	15.14	0.0056	0.9981	0.2891	1.0011
Mg K	1.21	1.23	34.75	13.61	0.0049	1.0160	0.3981	1.0021
Al K	1.07	0.98	40.01	12.89	0.0056	0.9790	0.5342	1.0038
Si K	22.40	19.76	1032.43	5.04	0.1483	1.0011	0.6594	1.0027
Ca K	14.34	8.86	467.79	3.10	0.1301	0.9476	0.9400	1.0185
Ti K	0.22	0.12	6.12	61.95	0.0019	0.8596	0.9356	1.0403
Fe K	21.78	9.66	344.09	3.08	0.1856	0.8468	0.9889	1.0176

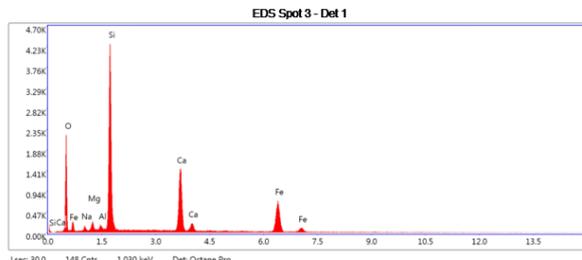
EDS Spot 2
 KV: 20 Mag:3625 Takeoff: 35.1 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV)



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	38.06	57.99	405.33	9.60	0.0979	1.0913	0.2356	1.0000
NaK	1.96	2.07	32.10	15.07	0.0064	0.9939	0.2784	1.0012
MgK	1.83	1.64	50.87	11.44	0.0068	1.0116	0.4081	1.0022
AlK	0.63	0.57	25.46	16.18	0.0034	0.9747	0.5417	1.0040
SiK	22.88	19.96	1131.72	4.90	0.1532	0.9967	0.6700	1.0028
CaK	15.33	9.33	528.72	2.91	0.1386	0.9433	0.9415	1.0174
TiK	0.30	0.15	8.58	26.47	0.0025	0.8556	0.9336	1.0379
FeK	19.20	8.38	320.52	3.14	0.1630	0.9428	0.9680	1.0193

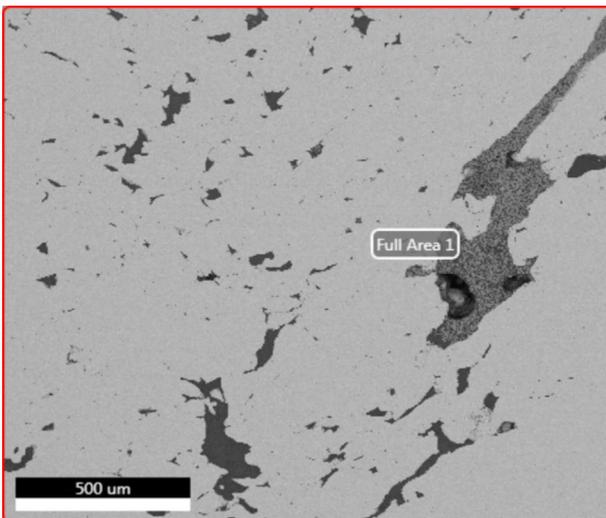
EDS Spot 3
 KV: 20 Mag:3625 Takeoff: 35.1 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV)122.7



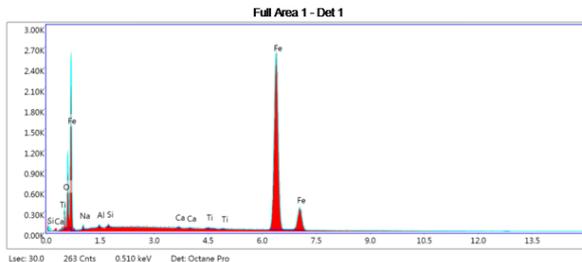
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	37.83	57.78	381.60	9.62	0.0965	1.0913	0.2337	1.0000
NaK	1.56	1.66	24.45	16.01	0.0043	0.9939	0.2788	1.0012
MgK	1.65	1.66	49.52	11.58	0.0069	1.0116	0.4108	1.0022
AlK	0.72	0.65	27.64	13.96	0.0038	0.9748	0.5444	1.0040
SiK	23.27	20.25	1102.52	4.89	0.1563	0.9968	0.6718	1.0028
CaK	15.76	9.61	518.63	2.92	0.1423	0.9434	0.9410	1.0170
FeK	19.20	8.40	306.09	3.24	0.1630	0.9429	0.9878	1.0193

9.1.3 Amostra Wootz 4



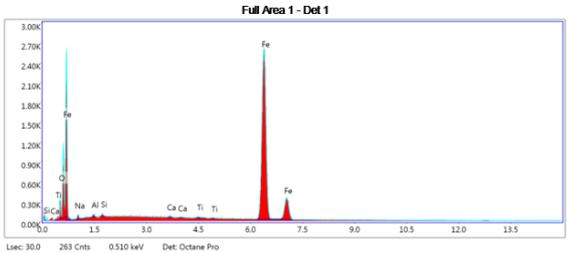
Full Area 1
 KV: 20 Mag:136 Takeoff: 38 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV)122.7



eZAF Smart Quant Results

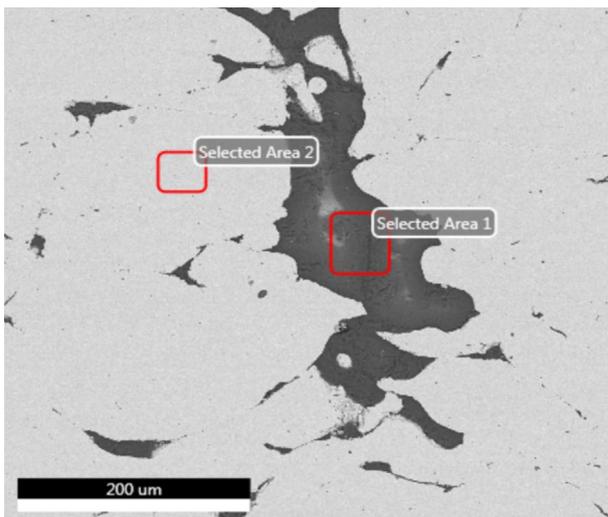
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	3.22	10.10	53.71	9.66	0.0186	1.2541	0.4610	1.0000
NaK	1.88	3.67	11.84	26.20	0.0029	1.1458	0.1507	1.0004
AlK	0.48	0.90	9.73	29.88	0.0019	1.1260	0.3484	1.0017
SiK	0.33	0.58	8.91	35.52	0.0018	1.1524	0.4718	1.0029
CaK	0.28	0.35	7.64	55.99	0.0030	1.0962	0.9281	1.0399
TiK	0.32	0.33	7.67	57.90	0.0033	0.9961	0.9692	1.0826
FeK	93.69	84.07	1217.55	2.01	0.9238	0.9856	1.0000	1.0005

Full Area 1
 KV: 20 Mag:136 Takeoff: 38 Live Time(s): 30 Amp Time(µs): 7.68 Resolution(eV)122.7

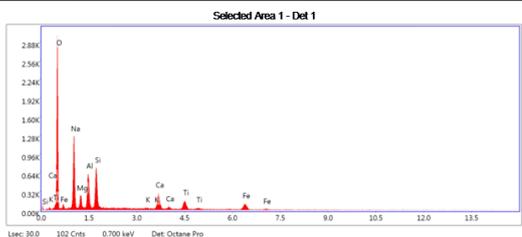


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	3.22	10.10	53.71	9.66	0.0186	1.2541	0.4610	1.0000
NaK	1.88	3.67	11.84	26.20	0.0029	1.1458	0.1507	1.0004
AlK	0.48	0.90	9.73	29.88	0.0019	1.1260	0.3484	1.0017
SiK	0.33	0.58	8.91	35.52	0.0018	1.1524	0.4718	1.0029
CaK	0.28	0.35	7.64	55.99	0.0030	1.0962	0.9281	1.0399
TiK	0.32	0.33	7.67	57.90	0.0033	0.9961	0.9692	1.0826
FeK	93.69	84.07	1217.55	2.01	0.9238	0.9856	1.0000	1.0005



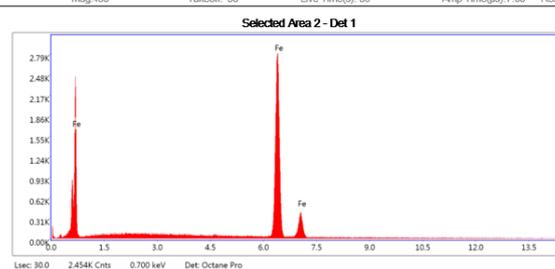
Selected Area 1
 kV: 20 Mag453 Takeoff: 38 Live Time(s): 30 Amp Time(us):7.68 Resolution:(eV)122



eZAF Smart Quant Results

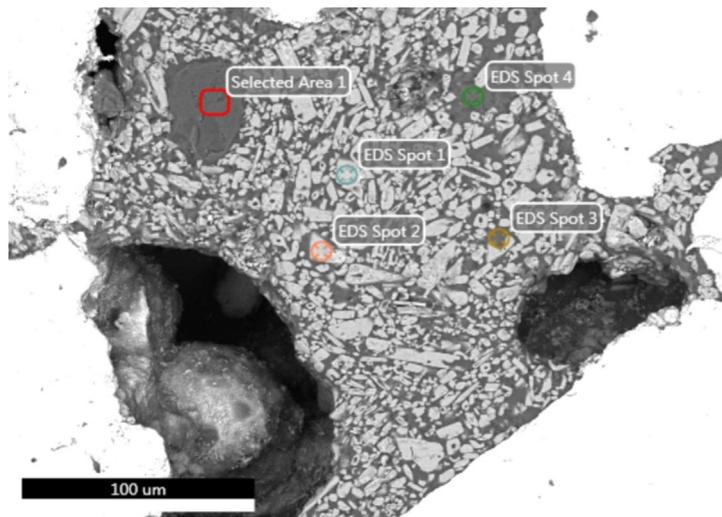
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	61.38	64.57	513.67	8.14	0.2024	1.0563	0.3729	1.0000
FeL	3.05	1.10	6.82	31.25	0.0082	0.8295	0.3257	1.0000
NaK	20.49	17.92	267.56	8.74	0.0746	0.9602	0.3787	1.0014
MgK	3.01	2.49	53.10	11.89	0.0118	0.9768	0.3998	1.0024
AlK	6.63	4.94	146.98	8.56	0.0325	0.9408	0.5199	1.0031
SiK	7.08	5.07	182.24	7.22	0.0414	0.9615	0.6063	1.0029
K K	0.26	0.14	6.18	42.09	0.0023	0.8917	0.9385	1.0310
CaK	4.73	2.37	95.80	5.99	0.0424	0.9080	0.9637	1.0260
TiK	3.39	1.42	57.84	8.90	0.0282	0.8231	0.9793	1.0328

Selected Area 2
 kV: 20 Mag453 Takeoff: 38 Live Time(s): 30 Amp Time(us):7.68 Res

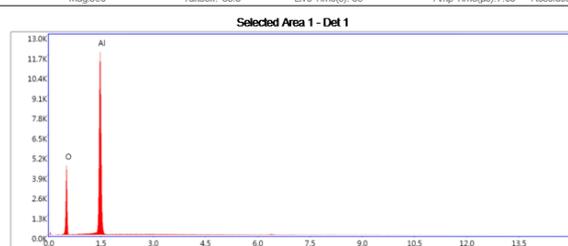


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
FeK	100.00	100.00	1297.35	1.99	1.0000	1.0000	1.0000	1.00



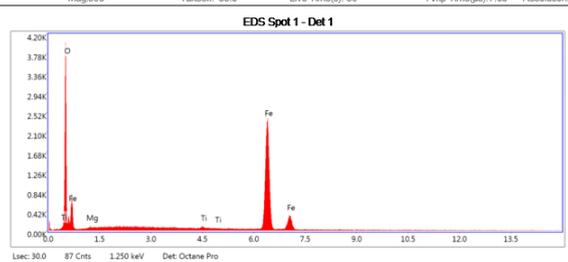
Selected Area 1
 kV: 20 Mag906 Takeoff: 35.5 Live Time(s): 30 Amp Time(us):7.68 Resolution:(eV)122.7



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	44.95	57.93	726.22	7.71	0.1884	1.0624	0.3945	1.0000
AlK	55.05	42.07	2808.04	3.63	0.4003	0.9469	0.7684	1.0003

EDS Spot 1
 kV: 20 Mag906 Takeoff: 35.5 Live Time(s): 30 Amp Time(us):7.68 Resolution:(eV)122.7

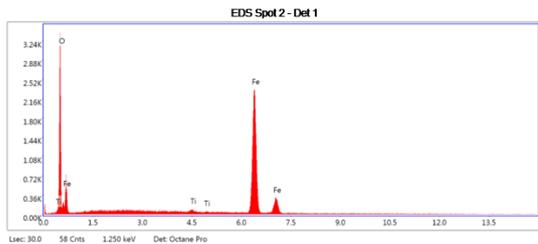


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	29.46	59.06	671.76	6.39	0.1847	1.1725	0.5347	1.0000
MgK	0.51	0.67	9.47	29.21	0.0014	1.0900	0.2591	1.0009
TiK	0.47	0.31	13.94	32.68	0.0046	0.9271	0.9830	1.0843
FeK	69.57	39.96	1103.18	2.14	0.6426	0.9155	1.0062	1.0028

EDS Spot 2

kV: 20 Mag906 Takeoff: 35.5 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV)

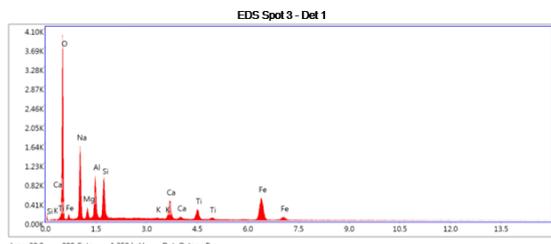


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	26.97	56.27	552.62	6.63	0.1645	1.1810	0.5196	1.0000
Ti K	0.85	0.59	23.71	18.83	0.0086	0.9343	0.9818	1.0829
Fe K	72.18	43.14	1063.90	2.11	0.8711	0.9229	1.0051	1.0025

EDS Spot 3

kV: 20 Mag906 Takeoff: 35.5 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution:

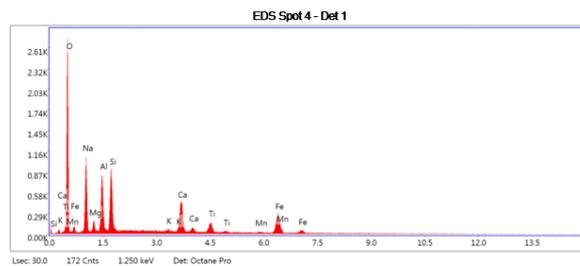


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	43.90	60.17	680.41	8.09	0.1733	1.0793	0.3657	1.0000
Na K	19.40	18.51	334.37	9.26	0.0693	0.9620	0.3110	1.0008
Mg K	1.90	1.72	47.44	13.46	0.0067	0.9993	0.3501	1.0016
Al K	6.48	5.27	212.06	8.41	0.0297	0.9627	0.4743	1.0022
Si K	5.89	4.60	229.51	7.47	0.0329	0.9841	0.6689	1.0027
K K	0.28	0.16	10.69	31.02	0.0025	0.9136	0.9278	1.0271
Ca K	4.44	2.43	145.93	4.86	0.0406	0.9304	0.9556	1.0277
Ti K	3.06	1.40	86.14	6.39	0.0263	0.8437	0.9751	1.0457
Fe K	14.63	5.75	231.51	3.61	0.1249	0.8305	1.0007	1.0269

EDS Spot 4

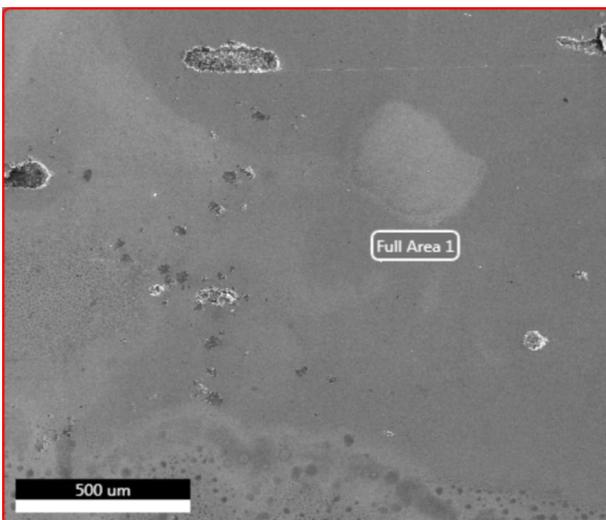
kV: 20 Mag906 Takeoff: 35.5 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV)122.7



eZAF Smart Quant Results

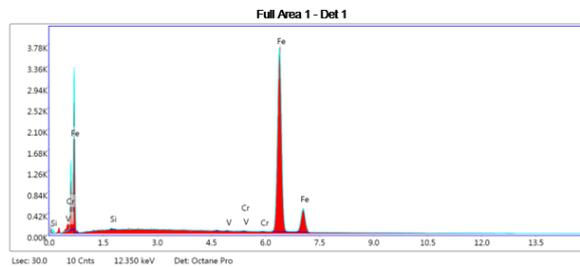
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	45.30	61.46	468.38	8.65	0.1590	1.0747	0.3266	1.0000
Na K	16.54	15.62	218.58	9.47	0.0517	0.9777	0.3193	1.0010
Mg K	1.55	1.38	30.58	15.06	0.0057	0.9949	0.3714	1.0018
Al K	7.52	6.05	193.93	8.12	0.0362	0.9684	0.5007	1.0025
Si K	7.52	5.81	225.07	7.18	0.0430	0.9797	0.5822	1.0028
K K	0.42	0.23	11.88	24.16	0.0037	0.9093	0.9285	1.0284
Ca K	6.82	3.70	166.84	4.54	0.0618	0.9261	0.9556	1.0239
Ti K	2.77	1.26	57.50	10.58	0.0234	0.8397	0.9677	1.0401
Mn K	0.47	0.19	6.53	43.88	0.0041	0.8137	0.9926	1.0651
Fe K	11.08	4.31	130.93	4.67	0.0942	0.8265	0.9981	1.0306

9.1.4 Amostra Wootz 5



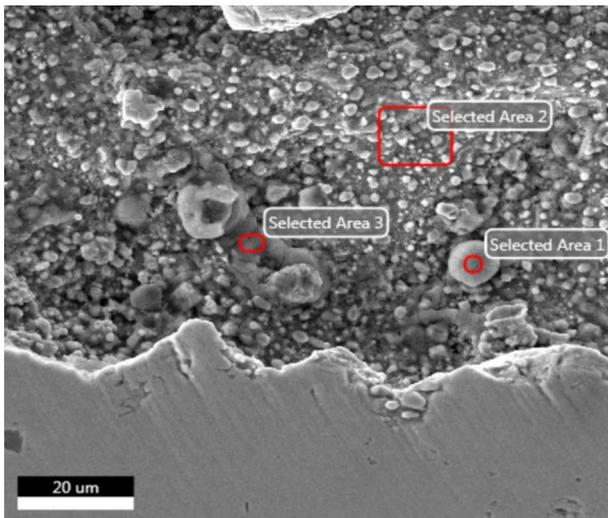
Full Area 1

kV: 20 Mag136 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution(eV)122.7

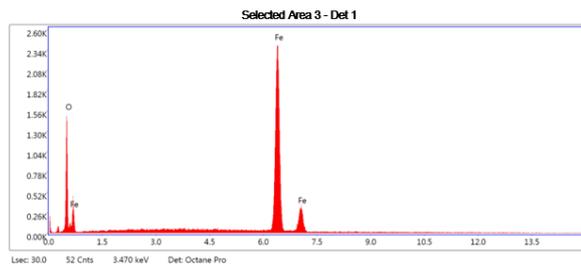


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
Si K	0.22	0.43	7.13	50.84	0.0011	1.1676	0.4401	1.0029
V K	0.17	0.18	4.56	65.51	0.0018	0.9862	0.9789	1.1170
Cr K	0.17	0.18	4.34	61.46	0.0019	1.0023	0.9884	1.1560
Fe K	99.45	99.21	1696.77	1.90	0.9935	0.9996	0.9994	1.0000



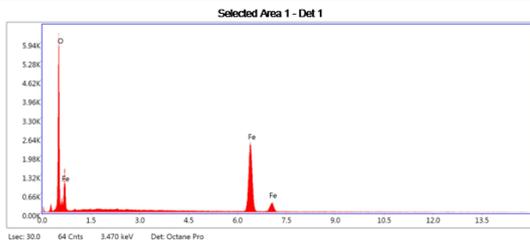
Selected Area 3
 kV: 20 Mag:2265 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution (eV): 122.7



eZAF Smart Quant Results

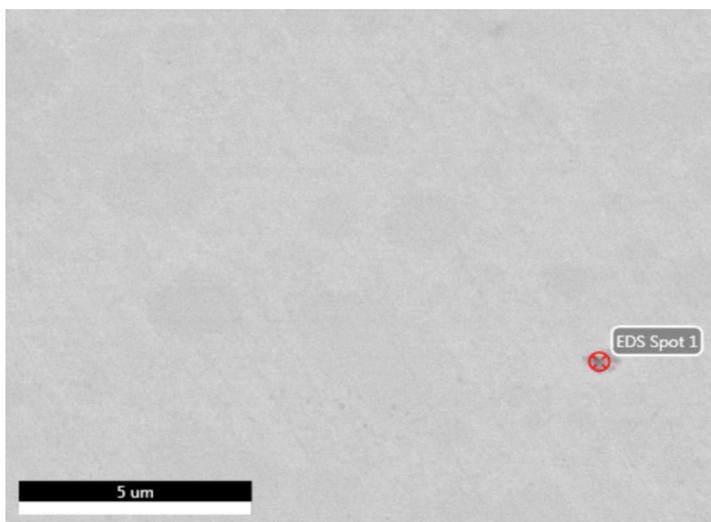
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	15.02	38.16	254.31	7.25	0.0902	12190	0.4926	1.0000
Fe K	84.98	61.84	1110.06	2.06	0.8160	0.9557	1.0036	1.0012

Selected Area 1
 kV: 20 Mag:2265 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution (eV): 122.7

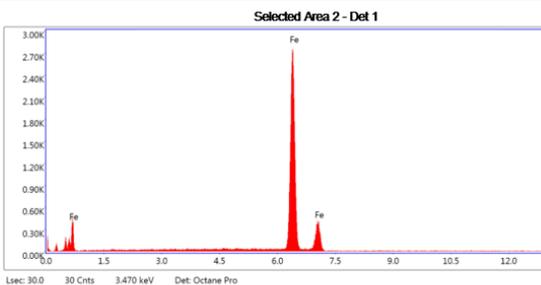


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
O K	39.09	68.14	1091.19	5.70	0.2692	1.1464	0.6790	1.0000
Fe K	60.91	30.86	1118.41	2.20	0.8506	0.8919	1.0093	1.0041



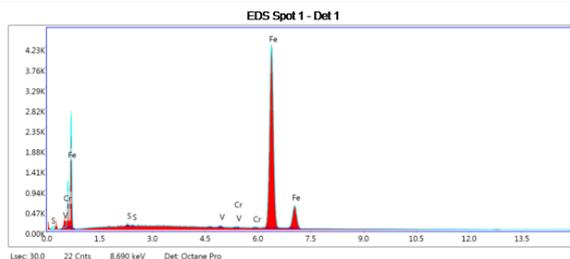
Selected Area 2
 kV: 20 Mag:2265 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution (eV): 122.7



eZAF Smart Quant Results

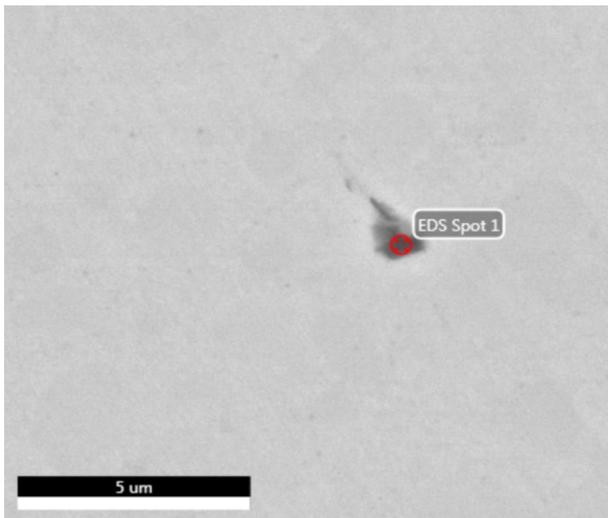
Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A
FeK	100.00	100.00	1286.65	1.87	1.0000	1.0000	1.0000

EDS Spot 1
 kV: 20 Mag:18123 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs): 7.68 Resolution (eV): 122.7



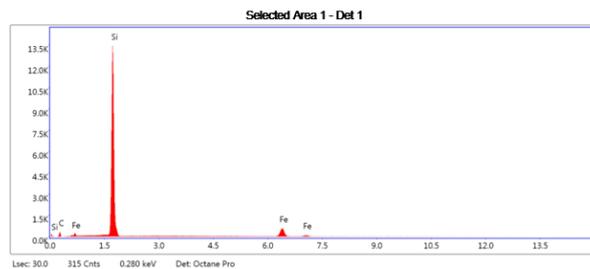
eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
S K	0.37	0.64	17.36	27.15	0.0029	1.1466	0.6735	1.0080
V K	0.53	0.58	16.89	24.67	0.0057	0.9861	0.9788	1.1150
Cr K	0.33	0.36	9.92	40.26	0.0038	1.0022	0.9882	1.1625
Fe K	98.77	98.42	1953.55	1.88	0.9856	0.9995	0.9884	1.0001



Selected Area 1

kV: 20 Mag:18123 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution (eV):122.7

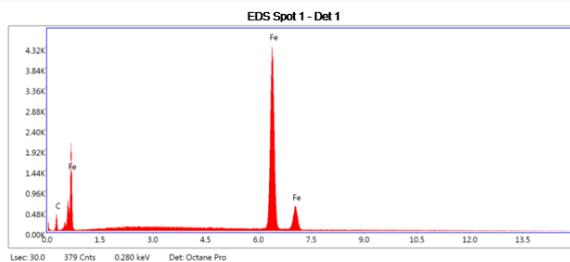


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
CK	26.82	49.03	60.91	12.86	0.0309	1.1201	0.1029	1.0000
SiK	57.15	44.67	3337.07	2.90	0.4706	0.9805	0.8387	1.0010
FeK	16.03	6.30	257.33	3.29	0.1367	0.8284	0.9960	1.0259

EDS Spot 1

kV: 20 Mag:18123 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolution (eV):122.7

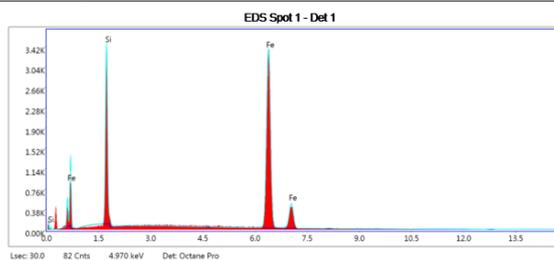


eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
CK	11.01	36.62	63.06	11.41	0.0318	1.2718	0.2270	1.0000
FeK	88.99	63.48	1960.71	1.88	0.8579	0.9603	1.0034	1.0006

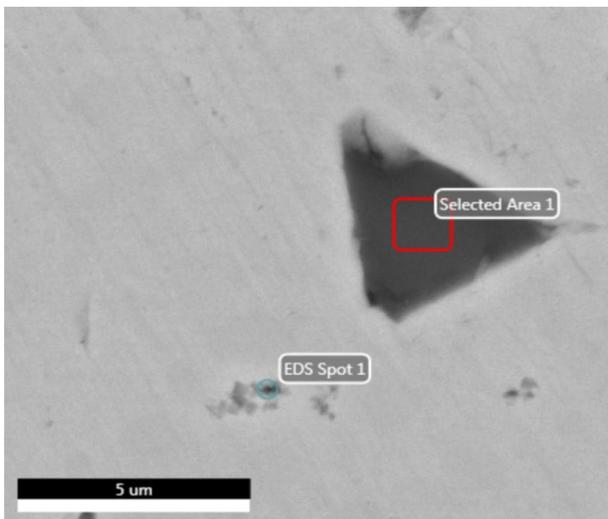
EDS Spot 1

kV: 20 Mag:18123 Takeoff: 34 Live Time(s): 30 Amp Time(μs):7.68 Resolut



eZAF Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
SiK	19.26	32.18	823.96	6.75	0.1096	1.1313	0.5017	1.0024
FeK	80.74	67.83	1564.55	1.96	0.7783	0.9660	0.9959	1.0021



10 Anexos B

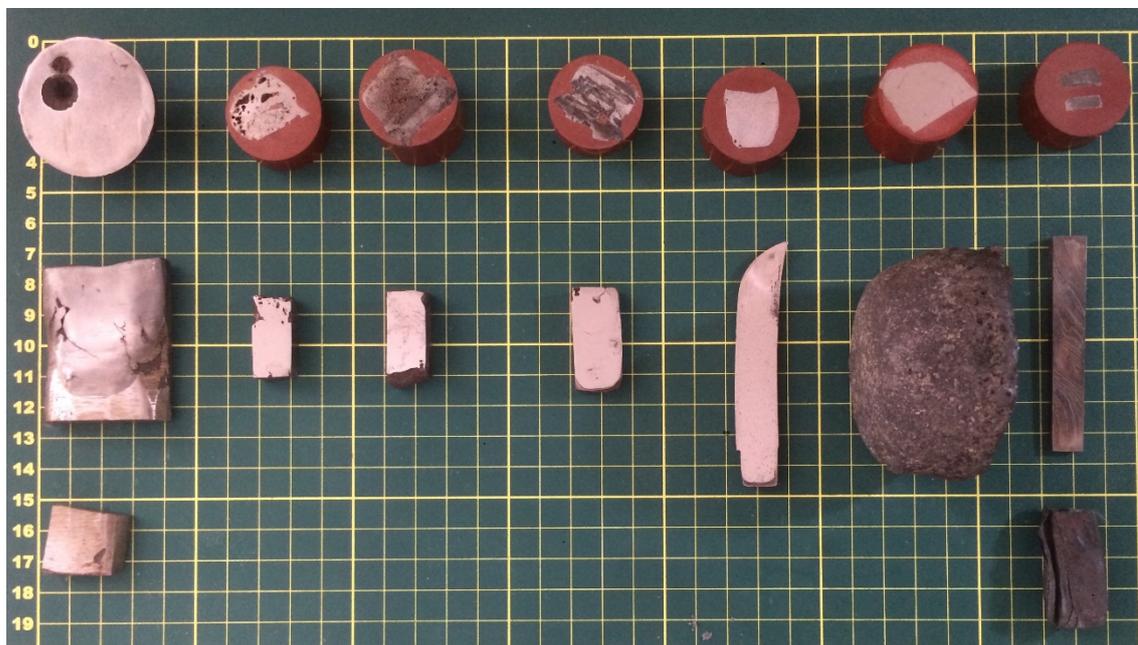


Figura 80: Imagem de todas as amostras, Experimentos Wootz 1 a 6 e damasco caldeado (em ordem da esquerda para direita).