

ESTUDOS ARQUEOMETALÚRGICOS DE ARTEFATOS FORJADOS SUPOSTAMENTE UTILIZANDO FERRO METEORÍTICO

Felipe Abrahão Monteiro^{*}

Maria Elizabeth Zucolotto^{**}

Amando Araujo Tosi^{***}

Resumo

Foram realizadas investigações arqueometalúrgicas em três artefatos de ferro acondicionados no Museu Nacional/UFRJ: uma ponta de flecha indígena brasileira e duas adagas *kris* típicas do arquipélago Malaio. As análises, de caráter científico, basearam-se no estudo arqueológico-tipológico dos objetos, na ciência dos materiais e em observações metalográficas. Foi demonstrado que o uso de metodologias de análise química como microscopias ótica e eletrônica, além de testes de microdureza podem ajudar a revelar informações relevantes sobre objetos de ferro antigos, incluindo seu processo de fabricação, além de fornecer dados confiáveis acerca da proveniência de suas ligas metálicas. No estudo da ponta de flecha, foram identificadas duas fases metálicas, uma rica em níquel (Fe- γ) e outra pobre (Fe- α), condizente com as fases taenita e kamacita de meteoritos de ferro. Em relação às adagas *kris*, concluiu-se que a de lâmina reta não possui origem meteorítica devido, principalmente, à ausência de níquel em sua liga; enquanto que a de lâmina sinuosa apontou três fases: duas com níquel (uma rica e outra pobre) e uma com ferro-carbono. Entretanto, o cobalto

^{*} Setor de Meteorítica do Museu Nacional/Universidade Federal do Rio de Janeiro (MN/UFRJ), Quinta da Boa Vista, São Cristóvão, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 20940-040; famont@globocom. Geólogo, M.Sc., Doutorando no Programa de Pós-graduação em Geologia (PPGL), do Instituto de Geociências (IGEO), da UFRJ.

^{**} Setor de Meteorítica do Museu Nacional/Universidade Federal do Rio de Janeiro (MN/UFRJ), Quinta da Boa Vista, São Cristóvão, Rio de Janeiro, RJ, CEP: 20940-040; meteoritos@mn.ufrj.br. Astrônoma, M.Sc. em Geologia e D.Sc. em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, todos pela UFRJ. Curadora da Coleção de Meteoritos, Laboratório Extraterrestre (LABET) do Departamento de Geologia e Paleontologia (DGP) do MN/UFRJ.

^{***} Laboratório de Difração de Raios X e Microsonda Eletrônica (LABSONDA) do Departamento de Geologia do Instituto de Geociências (IGEO) da UFRJ, Cidade Universitária, Fundão, Rio de Janeiro, RJ, CEP 21941-909; amandatosi@hotmail.com. Química, M.Sc. em Geologia, Doutoranda no Programa de Pós-graduação em Geologia (PPGL), do IGEO/UFRJ.

apresentou-se em concentrações abaixo do esperado em meteoritos metálicos. A microestrutura da ponta de flecha mostrou martensita no meio da seção, com Fe- α recristalizado e Fe- γ precipitado nas bordas dos grãos. Na escala Vickers, a microdureza da martensita foi de até 450 HV e das fases com níquel, 190 HV. Enquanto que a adaga *kris* de lâmina sinuosa mostrou apenas recristalização de grãos de Fe- α (160 HV) e bandas de Fe- γ (350 HV). O estudo de ambos os artefatos revelou, inclusive, que a presença de manganês na maioria de inclusões sugeriu uma fabricação após 1840. Se estes artefatos fossem da Antiguidade, não haveria dúvidas sobre a procedência, mas por serem mais recentes, após o advento da técnica do ferro forjado/fundido, não se pode afirmar que sejam meteoríticos e nem descartar esta hipótese. Assim, o presente trabalho busca também fornecer um protocolo que possa ser aplicado a objetos arqueológicos, cuja origem do ferro é desconhecida.

Palavras-chave: Meteorítica; Ferro Meteorítico; Arqueometalurgia; Adagas *Kris*; Ponta de Flecha

Introdução

Os meteoritos desempenham um papel significativo na história da humanidade, quer pelo mistério que envolvia as suas quedas, quer por sua origem desconhecida. Por aparecerem repentinamente desde tempos remotos, quebrando uma aparente ordem natural do universo, representavam bons ou maus presságios às populações.

A evidência sugere que nenhuma grande importância foi atribuída ao ferro meteorítico por causa de sua proveniência “celestial”, mas, sim, à sua morfologia e eficácia. Aqueles do tipo metálico constituíam excelente matéria-prima para o fabrico dos mais diversos utensílios e objetos de ataque e defesa, havendo indícios de que foram utilizados com esse fim pelos mais variados povos, como os egípcios, as tribos indígenas americanas e os esquimós (BURKE, 1986). Alguns hieróglifos egípcios mostram que esta civilização tinha o conhecimento de que os meteoritos vinham do espaço, designando-os por “ferro celeste”.

Apesar de relatos sobre “pedras que caíam do céu” existirem desde os primórdios da antiguidade, a Ciência só foi aceitar a natureza extraterrestre dos meteoritos há pouco mais de 200 anos. O ferro ocorre raramente em estado nativo, podendo ser obtido em meteoritos. A queda deles a partir do céu fornecia ao homem um metal de excelência notável (RICKARD, 1941).

O Setor de Meteorítica do Museu Nacional (LABET – MN/UFRJ) desenvolve um trabalho pioneiro de reconhecimento e identificação de meteoritos no Brasil. Três artefatos, cuja origem meteorítica é controversa, geraram o tema da dissertação do primeiro autor no Programa de Pós-graduação em Geociências, ênfase em Patrimônio Geopaleontológico (PPGEO), do MN/UFRJ. Um destes artefatos é uma ponta de flecha indígena brasileira,

da coleção de Etnologia do MN/UFRJ, e os outros dois são adagas da Indonésia – uma de lâmina de formato sinuoso e outra, reto. Para o desenvolvimento deste trabalho, foram escolhidos estes mesmos artefatos, a fim de serem caracterizados utilizando técnicas científicas.

A metodologia adotada visou à execução de análises químicas não destrutivas, na sua maioria, através do emprego de técnicas de microscopia qualitativa e quantitativa. Estes estudos mineralógicos e metalográficos, utilizando além da microscopia ótica, recursos do microscópio eletrônico de varredura e da microsonda eletrônica, contribuíram com informações inéditas que permitiram recuperar um pouco da história pretérita destes objetos e valorizar o acervo do Museu Nacional, colaborando assim para expandir o conhecimento e a compreensão da origem dos artefatos.

Ligas Metálicas

Segundo Callister (2000), na classificação de ligas metálicas de ferro, com base nos teores de carbono (C) e/ou níquel (Ni), existem cinco tipos básicos: ferro puro (telúrico), aço, ferro forjado, ferro fundido e ferro meteorítico.

O ferro (Fe) puro contém menos que 0,008% C e é composto à temperatura ambiente quase que exclusivamente pela fase ferrita (Fe- α).

As ligas que contém entre 0,008% e 2,14% C são classificadas como aços. Na maioria dos aços, a microestrutura consiste em uma combinação de Fe- α com um composto intermediário chamado cementita (Fe₃C), proporcionando ótimas propriedades mecânicas (fase perlita). A maior fração volumétrica de cementita resulta em alta dureza e resistência à abrasão, mas também em maior fragilidade (GOODWAY, 1998).

Na produção de ferro forjado, o ferro é extraído dos minérios utilizando uma temperatura de cerca de 800°C, sendo a reação química principal a da redução da hematita por monóxido de carbono, o que origina ferro metálico e dióxido de carbono. Para a redução ocorrer dentro do forno, é necessário haver uma quantidade suficiente de monóxido de carbono e, simultaneamente, manter temperaturas entre 1150 a 1350°C para que aconteça separação de grande parte das impurezas contidas nos minérios de ferro (SCOTT; EGGERT, 2009).

Inicialmente, a massa obtida é heterogênea e composta, sobretudo, de Fe- α , inclusões, quantidades consideráveis de carvão e minério de ferro não reduzido. A presença,

embora em pequenas quantidades, de determinados elementos na massa de ferro tem consequências nas suas propriedades (GALE, 1990).

Esta massa de ferro, para poder ser utilizada no fabrico de objetos, tem que ser aquecida até atingir a temperatura de forjamento e poder ser trabalhada. O Fe- α , ao ser aquecido a temperaturas acima de 910°C, transforma-se em austenita (Fe- γ), fase metálica relativamente fácil de forjar. Ao aplicar uma temperatura de cerca de 1200°C, o minério de ferro transforma-se em uma matéria esponjosa chamada “ferro pudlado”, contendo muitas inclusões e, também, escórias (TYLECOTE, 1992). Para reduzir a quantidade de escória, o “ferro esponjoso” é então martelado. O resultado é um material heterogêneo, dúctil, maleável e facilmente soldado chamado “ferro forjado” com uma quantidade média de 0,1% C (TYLECOTE & BLACK, 1980). Esta limitação técnica refletiu-se na composição química e na eficiência da remoção de escórias, e condicionou o processo metalúrgico até o final do século XVIII (SCOTT; EGGERD, 2009).

Segundo Tylecote (1992), só a partir do século XVIII, os ferros fundidos começaram a ser utilizados na Inglaterra, quando novas técnicas foram desenvolvidas, tais como a fundição do ferro em areia e com carvão. São classificados como ligas ferrosas que contém entre 2,14% e 6,70% C, além de menor teor de outros elementos. O desenvolvimento tecnológico permitiu atingir altas temperaturas de fusão (1400°C a 1540°C) do Fe- α , gerando o Fe- δ e/ou solução líquida. As propriedades do ferro fundido podem ser controladas pela adição de vários elementos à liga, apresentando boa fluidez, dureza e resistência ao desgaste, mas tende a ser frágil.

A estrutura de aços e ferro fundido pode oscilar entre diferentes microestruturas como resultado de quantidades de C, diferentes elementos de liga, temperatura do tratamento térmico e taxa de resfriamento. Quando o aço perlítico é aquecido a uma temperatura mais alta (912°C) e rapidamente resfriado (temperado) para a temperatura ambiente, é formada a martensita (estado metaestável). Esta tem alta dureza, mas também é muito frágil (CALLISTER, 2000).

Desde o período Neolítico (6000 a 3000 a.C.) o ferro meteorítico já estava disponível. Este ferro caracteriza-se por ser uma liga Fe-Ni e, geralmente, apresentar de 4,3 a 34% Ni, 0,4 a 1,0% cobalto (Co) e até 0,2% C. Elementos como enxofre (S) e fósforo (P) estão presentes em quantidades variadas, enquanto que outros elementos são encontrados em ppm, tais como gálio, germânio e ouro. No entanto, quanto maior for a porcentagem de Ni mais difícil é o ferro de ser trabalhado. Não existem minérios que consigam este nível de Ni de forma homogênea por fundição direta (BUCHWALD, 1975).

A técnica do forjado a quente foi muito praticada no ferro meteorítico, pois os objetos produzidos por martelamento a frio tinham tendência para abrir trincas que se propagam ao longo de planos cristalinos. Deste modo, a fabricação dos objetos foi realizada por têmpera ou forjamento a quente para a produção de pequenos artefatos. Foi observado que pode haver um aumento de Ni num ferro forjado por enriquecimento da superfície durante a oxidação de ferro, que era mais oxidável quando pré-aquecido antes de ser forjado. Elevadas laminações de Ni podem ser introduzidas dobrando, martelando e soldando a mesma peça repetidamente (BUCHWALD; MOSDAL, 1985).

Sorby (1887) já apontava que mudanças estruturais eram produzidas nos meteoritos do tipo octaedrito pelo reaquecimento, levando ao desaparecimento das figuras de *Widmanstätten*. O tratamento prolongado a quente e a temperaturas elevadas provoca, ao longo do tempo, a mudança na microestrutura característica do ferro meteorítico (TYLECOTE, 1992).

Segundo Perry (1944), um aquecimento a 550°C por muitas horas é suficiente para produzir granulação na kamacita, enquanto um aquecimento de 1000°C já dissolve fosfetos. Na entrada da atmosfera, o meteorito sofre aquecimento superficial que modifica sua estrutura, conhecida como zona afetada pelo calor. Nesta zona, as consequências do aquecimento são visíveis, pois ocorre desaparecimento das Linhas de Neumann (maclas de deformação), granulação da kamacita, e alterações e difusão parcial da schreibersita (fosfeto), da plessita e de partículas da taenita.

Estas mudanças na estrutura se refletem na microdureza da liga. Os meteoritos apresentam feições que são resultados de várias combinações de choques e reaquecimentos no espaço e na entrada atmosférica.

Material

Os materiais utilizados neste trabalho são os exemplares de uma ponta de flecha indígena brasileira e duas adagas da Indonésia, *kris* ou *keris*, supostamente manufaturados com ferro meteorítico, que serão detalhados a seguir.

- ***Ponta de Flecha***

Inicialmente, foi realizado um levantamento acerca de flechas com ponta de metal no banco de dados do Laboratório de Pesquisas em Etnicidade, Cultura e Desenvolvimento (LACED), do Setor de Etnologia, do MN/UFRJ. A pesquisa retornou com 14 exemplares (Figura 1) compatíveis que, posteriormente, foram submetidos a análises preliminares

com objetivo de identificar indícios de Ni em suas ligas metálicas.

Estas análises foram executadas com dimetilglioxima, método que confere à reação química uma cor rosada a avermelhada para presença de Ni. Apenas uma apresentou tal coloração, enquanto as demais indicaram cores alaranjadas, gerando certa dúvida.

A fim de esclarecer essas incertezas, as pontas de flecha foram levadas para um analisador por fluorescência de raios X (XRF) portátil. O equipamento permite a identificação e análise de maneira rápida, simples e qualitativa por ensaios não destrutivos, necessitando, apenas, encostar-se à superfície do material para gerar resultados. Dentre todas as flechas analisadas, somente uma indicou concentrações entre 3,63 a 5,05% de Ni (Figura 2), sendo, desta forma, separada das demais, enquanto as outras foram devolvidas ao LACED.

Assim, foi realizada uma pesquisa histórica na Seção de Memória e Arquivo do Museu Nacional/UFRJ (SEMEAR), a fim de se obter maiores informações sobre a ponta de flecha estudada. Este material é proveniente de uma tribo indígena brasileira, localizada no Rio Negro (Amazonas) e foi adquirido durante uma expedição oficial do comandante Lemos Basto, entre 1933 e 1934, sendo tombado sob o número 33.980 na coleção de Etnologia do MN/UFRJ, em 1945.

A ponta de metal da flecha (Figura 3) possui uma forma, predominantemente, lanceolada com pedúnculo, sendo colocada sobre a haste ou a vareta (1,53 m) e ligada ao corpo da flecha por um cordão. Suas dimensões aproximadas são (10,0 x 3,2 x 0,15)cm.

Chiara (1986) e Métraux (1986) destacaram que os vários tipos conhecidos de pontas de ferro são provenientes de adaptação de material alienígena obtido de arame ou lâminas de faca, podendo ser também utilizadas em arpões e lanças. Ademais, a comercialização com os índios pelos portugueses e espanhóis contribuiu para o aumento da popularidade destas armas entre muitas tribos do alto Amazonas e seus tributários.



Figura 1 – As 14 flechas com ponta de metal pertencentes à coleção do LACED, do Setor de Etnologia, do MN/UFRJ.

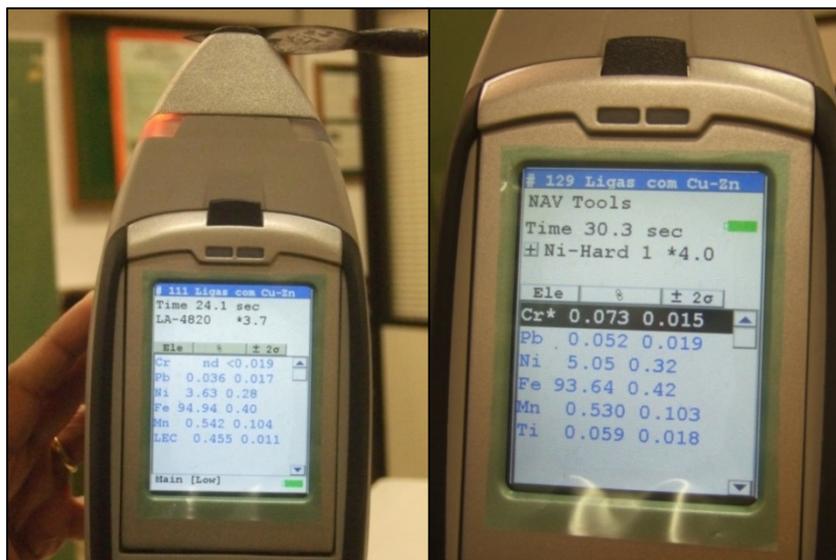


Figura 2 – Dentro de todas as flechas analisadas por XRF portátil, somente o primeiro exemplar à esquerda (indicado na figura anterior) apontou concentrações entre 3,63 a 5,05% de Ni.



Figura 3 – A ponta de flecha em estudo tombada sob o número 33.980 na coleção do Setor de Etnologia do MN/UFRJ, em 1945.

- **Adagas Kris**

As duas adagas – uma de lâmina reta (Figura 4) e outra, sinuosa (Figura 5) – são conhecidas como *kris* ou *keris* e foram adquiridas pela pesquisadora Maria Elizabeth Zucolotto, atual chefe do Setor de Meteorítica do MN/UFRJ, através de *e-commerce* (loja virtual *eBay*), em 2009. Ambas não receberam número de tomo pela necessidade inicial de comprovação da origem meteorítica de suas lâminas.

As *kris* são adagas assimétricas típicas do arquipélago Malaio cujos exemplares mais antigos conhecidos datam do século X e, provavelmente, espalharam-se a partir da ilha de Java para todo Sudeste Asiático.

Estas adagas podem ser divididas em três partes: lâmina (*bilah* ou *wilah*), punho ou cabo (*hulu*) e bainha ou capa (*warangka*). Lâminas de *kris* são geralmente estreitas com uma base robusta e tanto o cabo quanto a capa são muitas vezes feitas de madeira, embora exemplos de marfim, até mesmo de ouro, não faltem.

O valor estético da *kris* abrange o *dhapur* (a forma e design da lâmina), o *pamor* (o padrão de decoração da liga de metal sobre a lâmina) e o *tangguh*, referindo-se a sua idade e origem. A lâmina é confeccionada em camadas de diferentes minérios de ferro, podendo ou não estar enriquecidos em níquel, e naquelas de alta qualidade, o metal é dobrado dezenas ou centenas de vezes, sendo tratado com o máximo de precisão (JENSEN, 1998).

As *kris* foram usadas em cerimônias especiais, sendo lâminas de herança transmitidas através de sucessivas gerações. Homens e mulheres podem usá-las, embora aquelas para as mulheres sejam menores. Segundo Jensen (1998), uma rica espiritualidade e mitologia desenvolveram-se em torno da arma, sendo também usada para exibição, como talismãs com poderes mágicos, herança santificada, equipamento auxiliar para soldados da corte, acessório para o vestido cerimonial, indicador de status social e símbolo de heroísmo.

Em 2005, a Organização das Nações Unidas para a Educação, a Ciência e a Cultura (UNESCO) concedeu o título de “Obra-prima do Patrimônio Oral e Intangível da Humanidade” às *kris* da Indonésia, sendo incluída, em 2008, na “Lista Representativa do Patrimônio Cultural Imaterial da Humanidade”. A medida adotada pela agência especial da ONU visa garantir a melhor proteção do patrimônio histórico-cultural imaterial e a consciência de sua importância, abrangendo as expressões culturais e as tradições que um grupo de indivíduos preserva em respeito da sua ancestralidade para as gerações futuras.

Ambas as adagas estudadas apresentam tanto o cabo quanto a capa fabricados em madeira, entretanto, a de lâmina sinuosa possui adornos mais bem trabalhados. As dimensões da adaga de lâmina reta são (44,0 x 2,2 x 0,2)cm, enquanto as da sinuosa, (50,0 x 2,5 x 0,3)cm.



Figura 4 – Adaga *kris* de lâmina reta com sua respectiva capa de madeira.



Figura 5 – Adaga *kris* de lâmina sinuosa com sua respectiva capa de madeira. Destaque para os adornos mais bem trabalhados em sua lâmina e capa.

Metodologia

Devido à importância e raridade destes objetos, a preparação deve ser realizada cuidadosamente, assim como a maioria das análises efetuada utilizando métodos analíticos não destrutivos, a fim de preservar a integridade dos artefatos. Para analisar as estruturas metálicas, foi necessária a utilização de um protocolo com informações sobre química, mineralogia e tratamento dessas ligas (ZUCOLOTTO *et al.* 2013).

A primeira etapa consistiu no exame laboratorial com teste de dimetilgloxima após ataque químico com ácido nítrico (ácido nítrico a 2% diluído em álcool a 2%).

Posteriormente, foram preparadas seções polidas e/ou embutimento de resina, nas quais os minerais e o tratamento térmico sofrido pelas ligas metálicas podem ser estudados no Microscópio Ótico (MO) através de observações em luz refletida e por testes de metalografia de cor e microdureza Vickers.

A partir destes conhecimentos iniciais, os materiais foram levados ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e/ou à Microsonda Eletrônica (EPMA) para proceder com as análises químicas qualitativas e quantitativas das ligas, gerando resultados, respectivamente, por detector EDS (Sistema de Energia Dispersiva) e WDS (Sistema de Dispersão por Comprimento de Onda). Com estes equipamentos, podem-se adquirir de forma rápida mapeamentos composicionais, perfis químicos e imagens eletrônicas por Elétrons Retroespalhados (BSE) (DEDAVID *et al.* 2007). Por serem objetos metálicos, ou seja, condutores de corrente elétrica, não necessitam ser previamente metalizados para serem analisados em ambos os equipamentos.

As primeiras observações quantitativas realizadas detectaram os teores de Ni, Fe e Co nas ligas metálicas, encontrados de forma natural exclusivamente em materiais meteoríticos. Assim, uma vez detectada uma concentração característica de meteoritos metálicos, faz-se necessário proceder a avaliações comparativas e interpretativas mais detalhadas do conjunto de dados obtidos.

Instrumentação

Nos tópicos abaixo, serão descritos detalhadamente os sistemas analíticos utilizados para diagnóstico dos materiais desde as etapas preliminares.

- **Exames Laboratoriais**
 - *Preparação de Amostras*

A preparação das amostras foi realizada no Laboratório de Meteorítica (LABET), do Departamento de Geologia e Paleontologia (DGP), do Museu Nacional/UFRJ. De acordo com Zucolotto (1988), a preparação de uma superfície para exames macroscópicos envolve os passos preliminares da preparação para o exame microscópico, que são os seguintes:

- a) Superfície Plana: Pode ser obtida por intermédio de uma serra, em geral o ciclotron ou eletroerosão ou disco de abrasivo carborundum (carbeto de silício). No entanto, deve-se tomar o cuidado para que a amostra não seja muito aquecida (utiliza-se um lubrificante [água] durante o processo);

- b) Polimento: É obtido ao passar a superfície serrada por várias granulometrias de lixas (100, 220, 320, 400, 500, 600, 1200), da mais grossa a mais fina, tomando-se o cuidado de, cada vez que se passar para uma lixa mais fina, girar a amostra de tal modo que os sulcos da lixa mais fina fiquem mais ou menos perpendicular aos da anterior. Deve-se tomar a precaução de só se passar de uma granulometria para outra após todos os sulcos da lixa anterior terem sido eliminados. Ao se chegar à lixa 400, o polimento já é suficiente para exames macroscópicos, entretanto, sob o microscópio, a superfície aparecerá ainda com vários sulcos, sendo necessário continuar o processo até chegar à lixa mais fina, com a utilização de pastas de diamante (6, 3 e 1 micra) (Figura 6);
- c) Embutimento: Para o estudo das adagas, foi necessário impregnar pequenas amostras de cada objeto com resina epóxi (índice de refração semelhante ao do vidro). Estas foram extraídas da ponta da proeminência metálica (cilíndrica) que se liga ao cabo, a fim de não comprometer a integridade dos artefatos (Figura 7), sendo geradas quatro amostras: duas de seções transversais e duas, longitudinais. Para o corte, utilizou-se uma serra diamantada circular bem fina para se perder o mínimo de material.
- d) Ataque Químico: Em geral, o ataque é feito por imersão da amostra em nital, durante um período de aproximadamente 20 segundos, assim a microestrutura é revelada (*Widmanstätten*, Bandas de Neumann, martensita, etc.).



Figura 6 – O polimento da ponta da flecha foi realizado por uma poltriz semiautomática da marca *Struers*, modelo *DP-10*, no LABET, do MN/UFRJ.

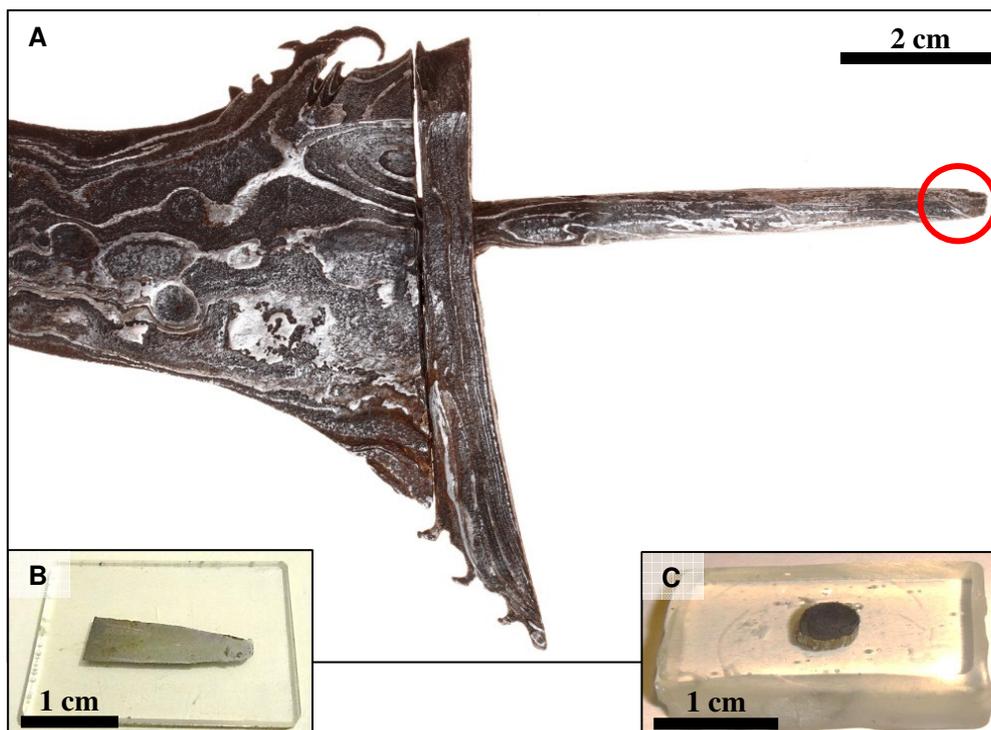


Figura 7 – A) Detalhe da adaga kris de lâmina sinuosa sem o cabo, indicando a área da ponta metálica (cilíndrica) onde foi realizado o corte; **B) e C)** Embutimentos realizados, respectivamente, de uma seção longitudinal e transversal com resina epóxi.

○ *Teste de Dimetilgloxima*

Para identificar a presença de Ni nas ligas metálicas dos artefatos, aplicou-se um processo de coloração qualitativa por dimetilgloxima. Resumidamente, a superfície é revestida com gelatina, imersa em ácido nítrico muito diluído, depois numa solução alcalina de dimetilgloxima em água. O efeito esperado é desenvolver nitrato de níquel na superfície abaixo da gelatina, em quantidades proporcionais ao teor de Ni na área aplicada. A dimetilgloxima penetra então na gelatina e produz o precipitado vermelho característico, fraco ou forte, uma vez que o teor de Ni varia. Entretanto, os resultados são incertos e o sucesso deste método, aparentemente, depende do grau de variação entre os teores de Ni da taenita e da kamacita (PERRY, 1944).

Os três artefatos foram submetidos ao teste, sendo que apenas a ponta de flecha e a adaga de lâmina sinuosa (Figura 8) apresentaram, em geral, uma coloração rosada.

○ *Metalografia de Cor*

A metalografia de cor acrescenta uma dimensão extra ao estudo da microestrutura de meteoritos, cujos reagentes são muito sensíveis à composição da fase e a outros efeitos, como a orientação do cristal (VOORT, 2001). No entanto, ao contrário do nital, onde a

força do ataque varia de acordo com a orientação do cristal, de modo que nem toda a estrutura é devidamente revelada, os ataques coloridos mostram diferenças de orientação do cristal por variações de cor.

Existem vários ataques químicos que funcionam muito bem com os meteoritos, tais como: metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), o metabissulfeto de potássio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) e o tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Os ataques coloridos também são sensíveis às variações de composição química e aos efeitos da deformação residual, permitindo a identificação de fases sem necessidade de usar microscopias eletrônicas. O método consegue, inclusive, distinguir os carbetos cementita e cohenita, não colorindo este último, que é comum em meteoritos (VOORT, 2001).

O teste foi realizado com os reagentes metabissulfeto de potássio e tiosulfato de sódio na ponta de flecha e na adaga de lâmina sinuosa (Figura 9), apresentando resultados condizentes com as fases ferrita (kamacita) e austenita (taenita) dos meteoritos.

o *Teste de Microdureza Vickers*

A técnica é de grande utilidade na identificação de minerais e no tratamento térmico sofrido pelas ligas metálicas. A microdureza das fases também serve como indicativos de choques e aquecimentos sofridos pelo material durante sua forja.

Utilizamos para os testes o microdurímetro *DURIMET*, da marca *Leitz*, com pirâmide de diamante e carga de 100 gf (Figura 10A). Foram realizadas 25 medições (em HV) na ponta de flecha e na adaga sinuosa, sendo necessárias para se obter uma média de dureza confiável nas diversas fases e minerais (Figura 10B).



Figura 8 – Teste de dimetilgloxima realizado na adaga *kris* de lâmina sinuosa, apresentando uma tonalidade rosa acastanhado, o que indica possível presença de Ni.

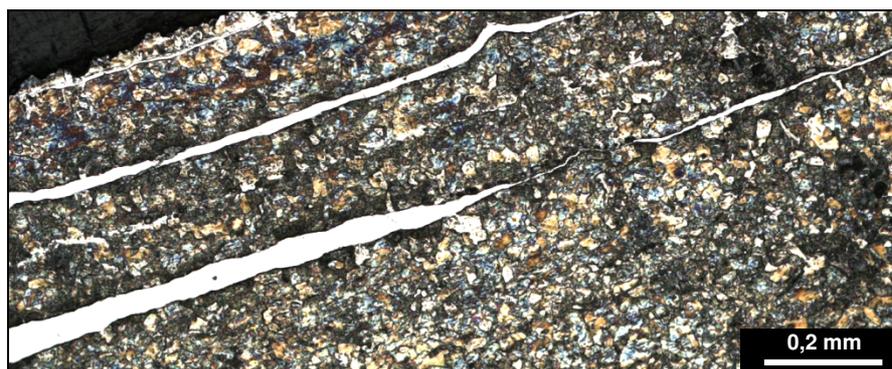


Figura 9 – Ataque colorido realizado na seção longitudinal da adaga *kris* de lâmina sinuosa, evidenciando duas fases: uma rica (taenita – bandas brancas) e outra pobre em Ni (kamacita – grãos coloridos).

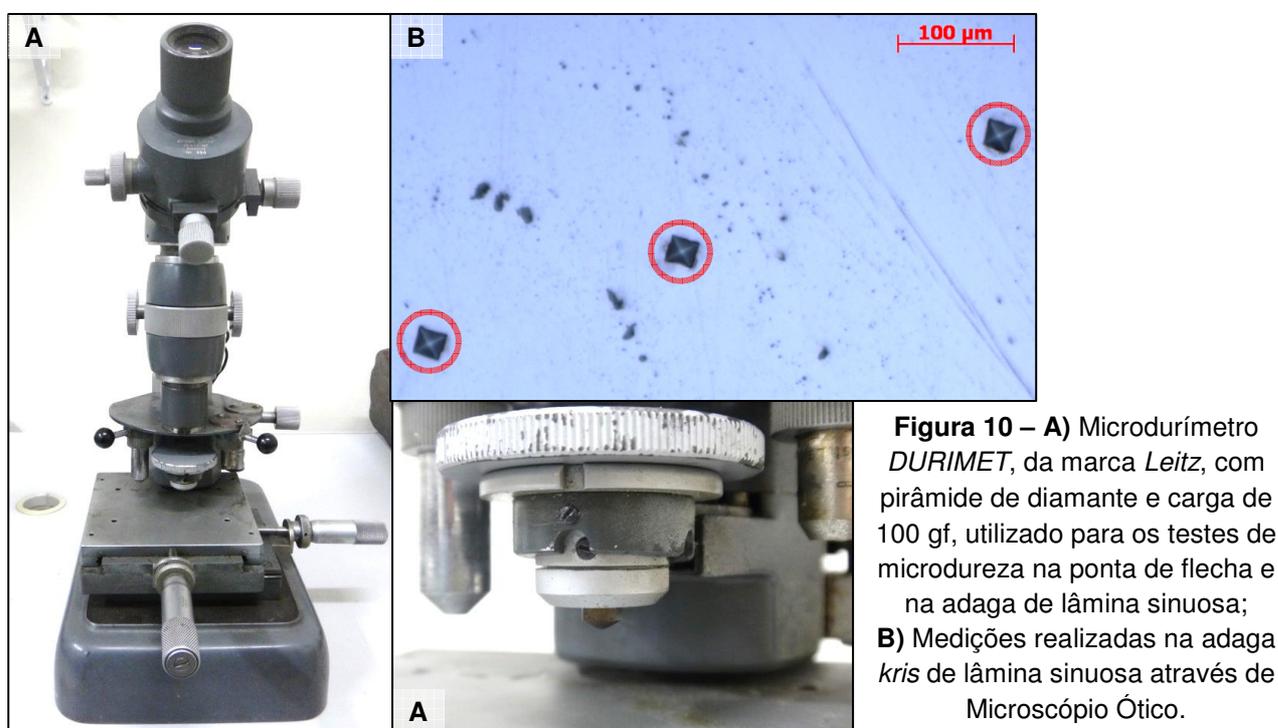


Figura 10 – **A)** Microdurímetro *DURIMET*, da marca *Leitz*, com pirâmide de diamante e carga de 100 gf, utilizado para os testes de microdureza na ponta de flecha e na adaga de lâmina sinuosa; **B)** Medições realizadas na adaga *kris* de lâmina sinuosa através de Microscópio Ótico.

- ***Espectrometria de Fluorescência de Raios X (XRF)***

Para as análises preliminares das pontas de ferro das flechas, foi utilizado um analisador portátil por fluorescência de raios X (XRF), da marca *Niton* e modelo *XL3t Thermo* (Figura 11A), no Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (CEPEL), na Unidade Fundão (Campus da UFRJ). As curvas de calibração foram construídas a partir dos padrões de dois meteoritos metálicos cujas composições eram previamente conhecidas (Figura 11B). Estes foram analisados utilizando a XRF e os valores obtidos foram equacionados junto com as proporções de cada elemento presente em cada amostra, criando uma curva de calibração para cada elemento a ser analisado.

- **Microscópio Ótico (MO)**

As imagens das seções polidas e/ou embutimento de resina foram obtidas em luz refletida e registradas através de uma câmera digital (*AxiCam HRc*) adaptada aos seguintes microscópios da marca *ZEISS*: um de modelo *Axio Imager 2* (Figura 12A), no Laboratório Multiusuário de Caracterização Tecnológica (LMCT), do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), na Ilha do Fundão (Campus da UFRJ); e outro de modelo *Axioskop 40* (Figura 12B), no Laboratório de Petrografia e Mineralogia (PETROMIN), do Departamento de Geologia e Paleontologia (DGP), no Museu Nacional/UFRJ. Após serem salvas como arquivo digital (.TIFF), foram utilizados os programas *Adobe Bridge CS6* para unir as fotos e *Adobe Photoshop CS6* para finalizar o tratamento das imagens.

- **Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)**

Os materiais foram analisados no MEV, de marca *FEI* e modelo *Quanta 400* (Figura 13), no LMCT, do CETEM. As análises químicas foram executadas com detectores EDS, operando a 20 kV de tensão de aceleração de elétron, *spot size 5* e analisadas através de imagens formadas pelo detector BSE. Por serem ligas metálicas, não foi necessário efetuar recobrimento dos mesmos.

- **Microsonda Eletrônica (EPMA)**

Os mesmos materiais foram submetidos à análise química de EPMA, da marca *JEOL* e modelo *JXA8230* (Figura 14A), no Laboratório de Microsonda Eletrônica da UFRJ (LABSONDA). Para tal, utilizaram-se detectores EDS e WDS com 20 KeV de tensão aplicada, corrente de 20 nA, 1 µm de diâmetro do feixe eletrônico e analisados mediante imagens formadas por BSE. Assim como no MEV, não foi preciso metalizar as amostras (Figura 14B).

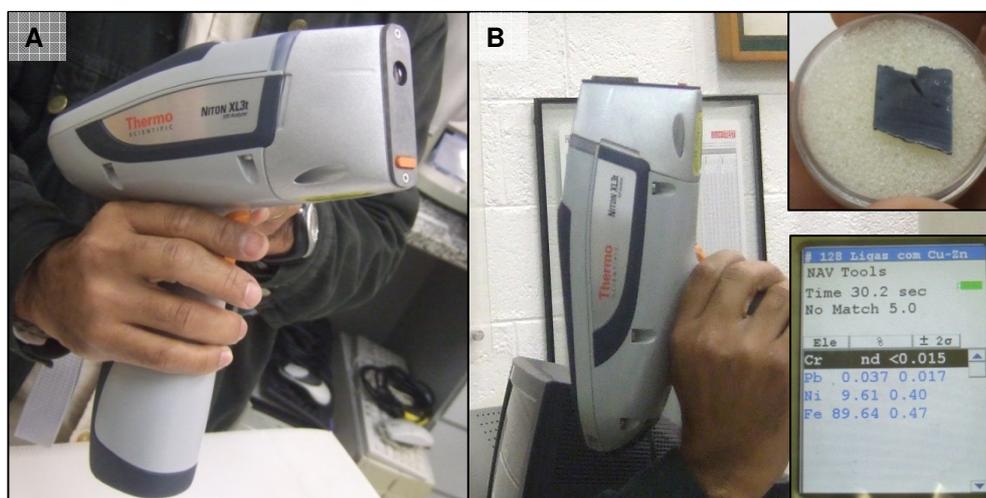


Figura 11 – A) Analisador portátil por fluorescência de raios X (XRF) utilizado nas análises preliminares das pontas de flecha; **B)** Para calibração do equipamento foram utilizados os valores de base de duas amostras conhecidas de meteoritos metálicos.

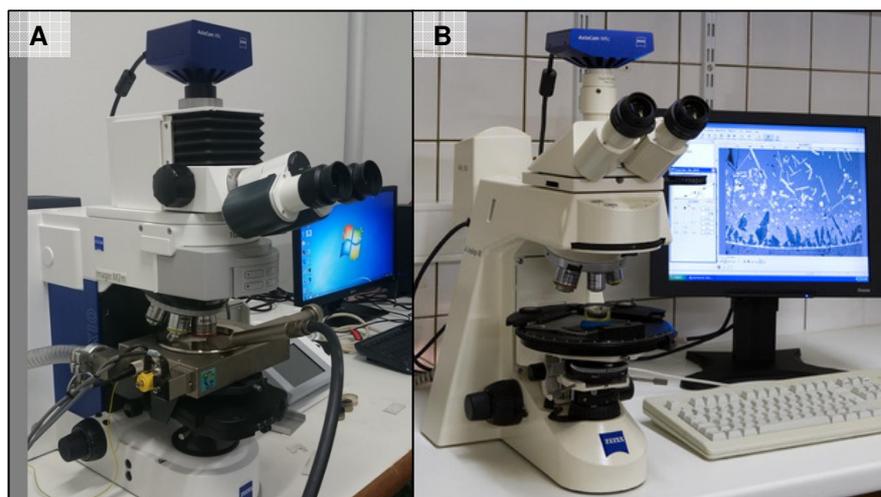


Figura 12 – A) Microscópio Ótico ZEISS (*Axio Imager 2*) do LMCT (CETEM);
B) Microscópio Ótico ZEISS (*Axioskop 40*) do PETROMIN (MN/UFRJ).

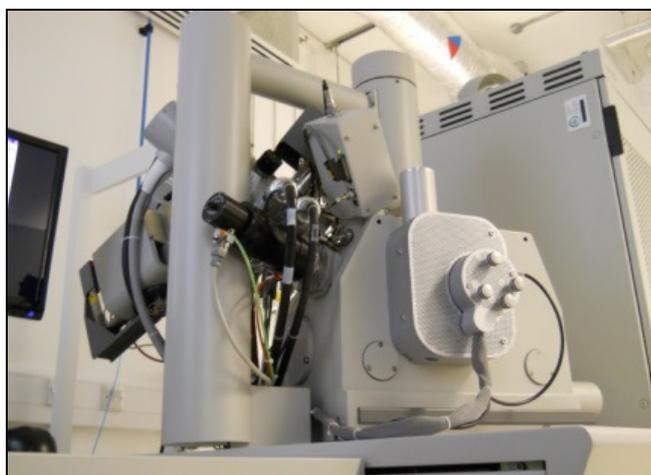


Figura 13 – Microscópio Eletrônico de Varredura FEI (*Quanta 400*) do LMCT (CETEM).

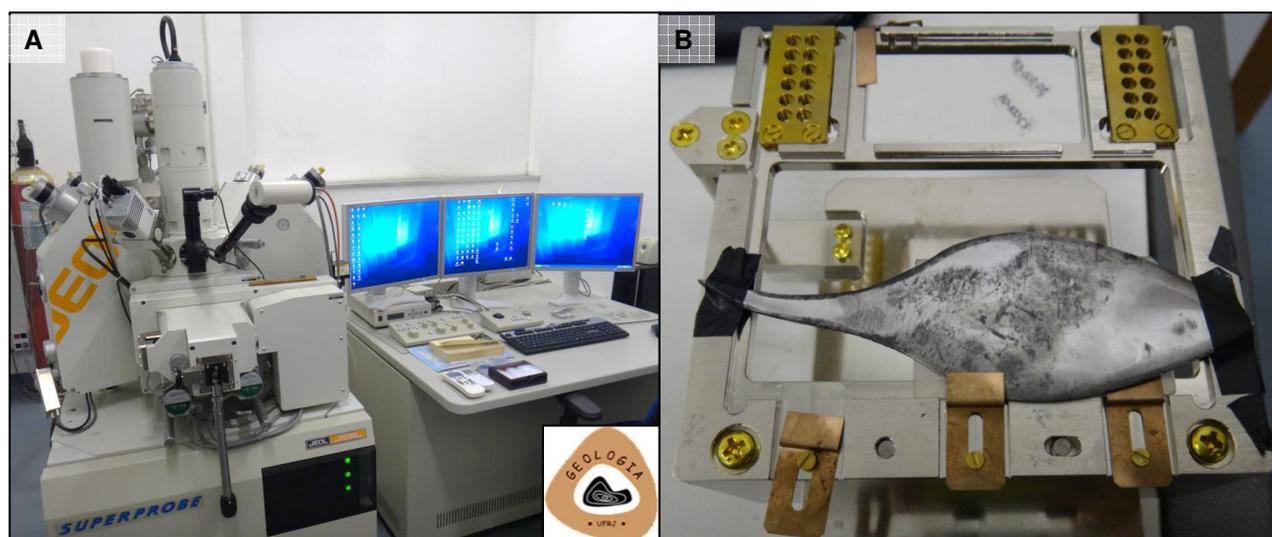


Figura 14 – A) Microsonda Eletrônica JEOL (*JXA8230*) do LABSONDA (IGEO/UFRJ);
B) Porta amostra utilizado na EPMA para análise da ponta de flecha.

Resultados e Discussão

- **Ponta de Flecha**

Através das análises efetuadas, foi possível identificar características compatíveis com ligas forjadas a partir de ferro meteorítico (presença de Ni, principalmente). A fim de averiguar mais detalhadamente sua composição química, o material foi submetido a exames de microscopia eletrônica.

No MEV/EDS, a ponta da flecha apresenta aproximadamente 3,5% Ni em uma fase e 13% Ni em outra, sendo gerada imagem por BSE (Figura 15) e espectros composicionais (Figura 16A e 16B). Em seguida, foi analisada pela EPMA/EDS-WDS, para melhorar a precisão quantitativa, sendo possível identificar duas fases deste metal, uma entre 3% e 10% e outra com até 20%. Os elementos C, Co e P foram identificados abaixo de 1% em ambos os métodos.

Posteriormente, foi submetida à microscopia ótica para estudos relacionados ao tratamento térmico sofrido por suas ligas metálicas. É possível observar dois padrões de textura: martensítico (Figura 17A) e recristalizado com a fase rica em Ni precipitada nos contornos de grãos (Figura 17B).

Os grãos recristalizados são da fase ferrita (Fe- α) e formam-se, preferencialmente, próximos a inclusões, que podem ter diminuído o ponto de recristalização do metal. Nestas partes, a fase rica em Ni se concentra nas bordas dos contornos de grãos, assemelhando-se aos carbeto (cementita) nas ligas de Fe-C. Porém, segundo Voort (2001), a cementita no aço nunca contém Ni ou Co, o que poderia corroborar sua relação com a fase taenita dos meteoritos.

Obtiveram-se as seguintes médias de durezas que variavam de 190 HV para as áreas recristalizadas e de 270 a 450 HV para as áreas martensíticas, cujos valores estão consistentes com ligas meteoríticas forjadas (kamacita e martensita). Devido às partes das bordas encontrarem-se mais duras e encruadas que na parte central, é possível constatar que a ponta da flecha sofreu tratamento térmico de têmpera.

A análise metalográfica (Figura 18) mostra que a ponta de flecha foi forjada e trabalhada a quente até chegar ao formato final, ou seja, foi submetida à temperatura acima da zona crítica de recozimento da liga Fe-Ni e posterior têmpera. Devido aos tratamentos térmicos utilizados, foi possível conferir uma dureza elevada à ponta de flecha.

Nota-se, também, que a maioria das inclusões é composta por manganês (Mn), acima de 2%, e proveniente, provavelmente, de algum material de escória (impurezas). Ademais,

observa-se que os locais das inclusões estão mais afundados, indicando haver um polimento mais frequente nestas áreas. Tal procedimento pode ter sido realizado por pensar se tratar de oxidação. Desde as análises preliminares, esta ponta de flecha se destacava das demais devido ao seu brilho, relacionado ao polimento que se manteve por muito mais tempo.

As pequenas inclusões encontradas indicam a possibilidade de se tratar de um “ferro forjado” obtido de um fundido possivelmente a partir de ferro meteorítico com outra liga metálica. Este tipo de ferro, quando ainda pastoso, concentra certa quantidade de escória que consegue ser expulsa por forjamento da época (fortes marteladas). Como este processo não consegue eliminar a maior parte das impurezas, explicam-se, assim, os pontos escuros visíveis a olho nu.

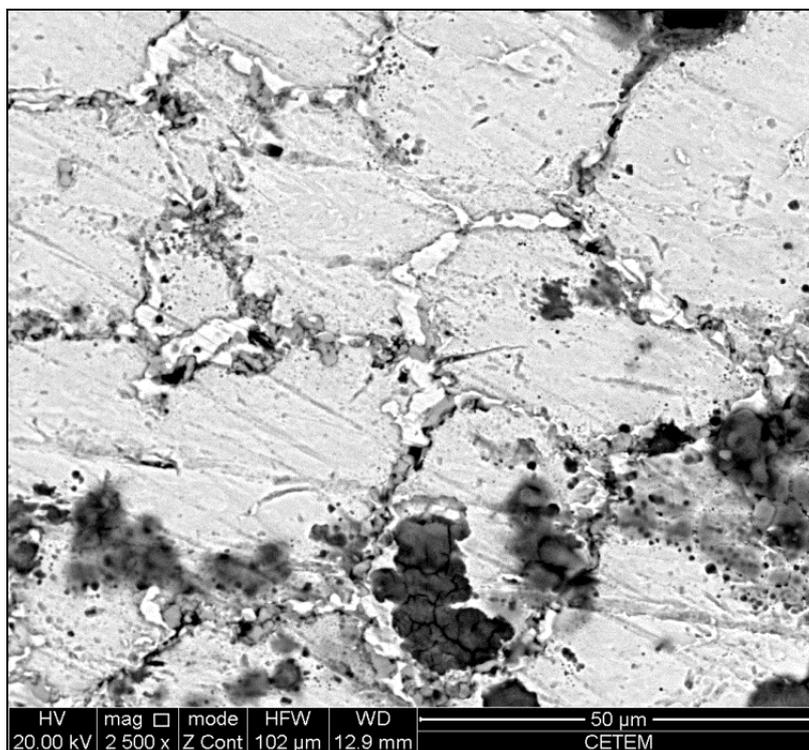


Figura 15 – Imagem eletrônica por BSE (MEV) da ponta de flecha: áreas mais brancas são mais ricas em Ni, enquanto áreas mais cinzas, menos.

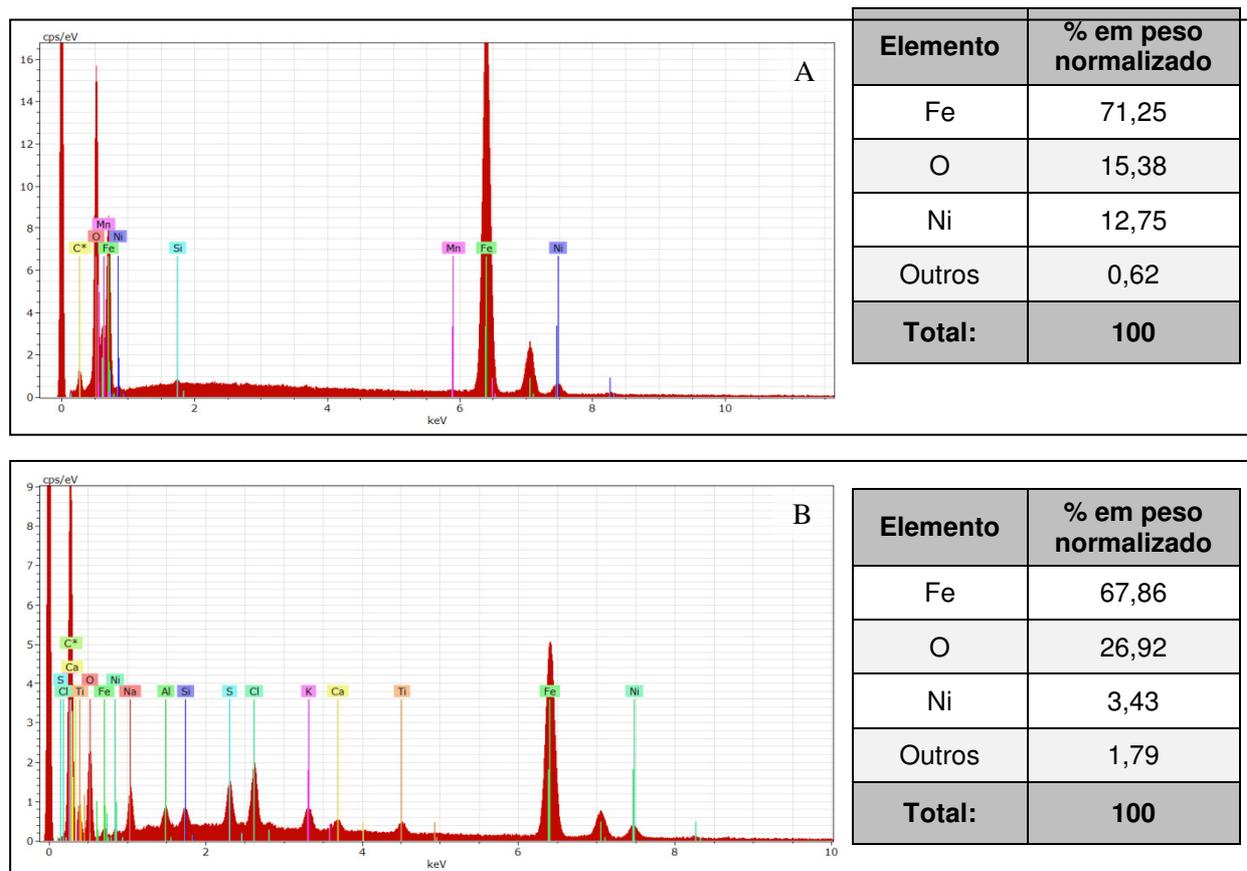


Figura 16 – Espectros composicionais gerados por MEV/EDS mostrando as fases mais rica (A) e mais pobre (B) em Ni da ponta de flecha.

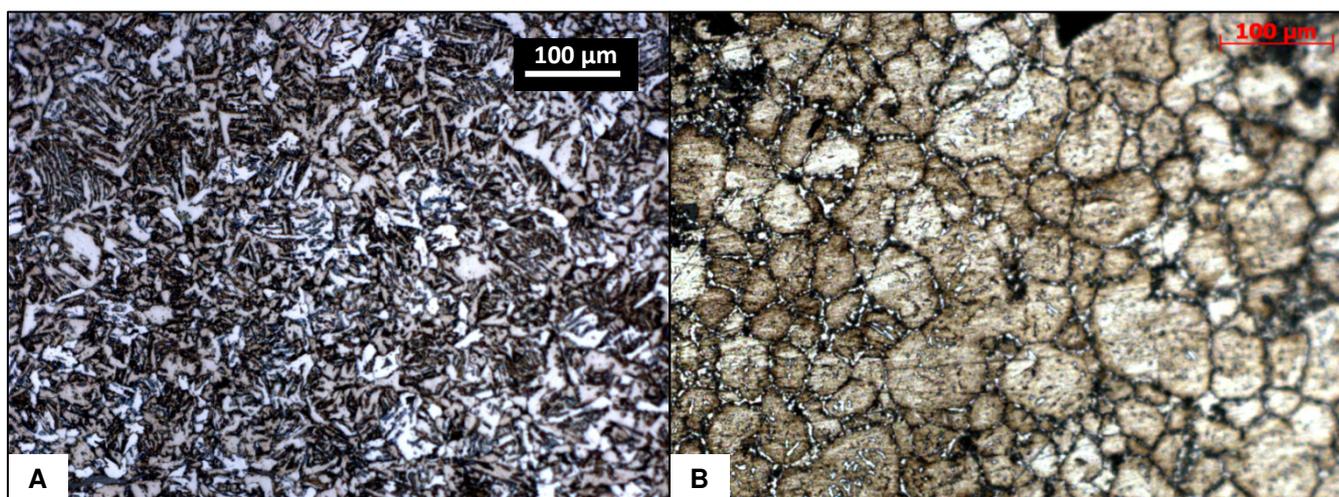


Figura 17 – Fotomicrografias em luz refletida mostrando as duas fases mais proeminentes da ponta da flecha: **A)** Martensita; **B)** Zona recristalizada com contornos de grãos a 120° e grãos equiaxiais, sendo possível observar precipitados de fase mais rica em Ni em seus contornos.

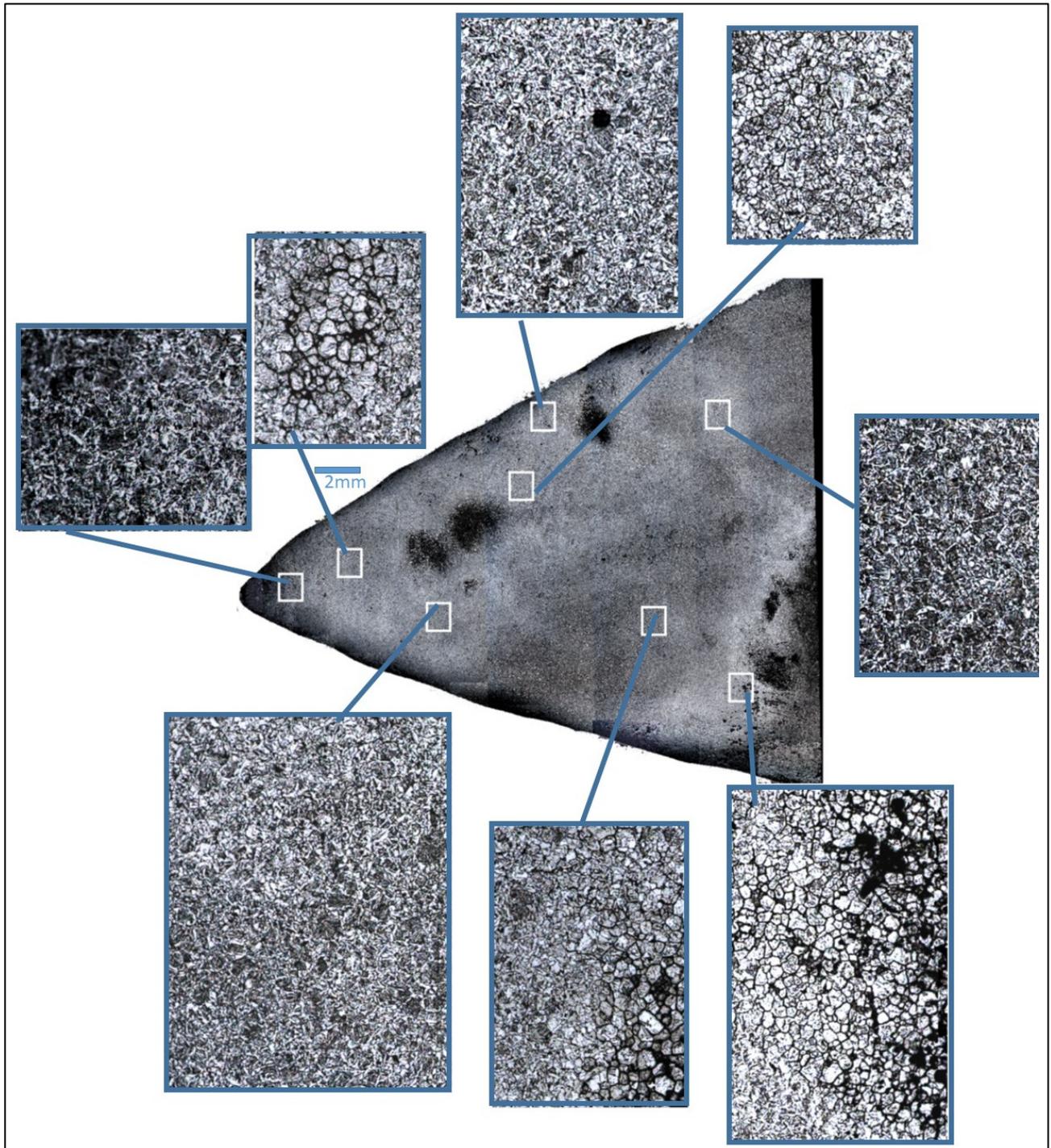


Figura 18 – Foto mosaico da ponta da flecha destacando oito áreas e suas duas texturas principais (martensítica e recristalizada).

- ***Adaga Kris de Lâmina Reta***

As análises químicas realizadas não identificaram presença de Ni, falhando no teste de dimetilgloxima. Na análise efetuada por MEV/EDS, não foi detectada concentração significativa de Ni, conforme os dados obtidos através de imagem por BSE (Figura 19), mapas (Figura 20) e espectros composicionais (Figura 21).

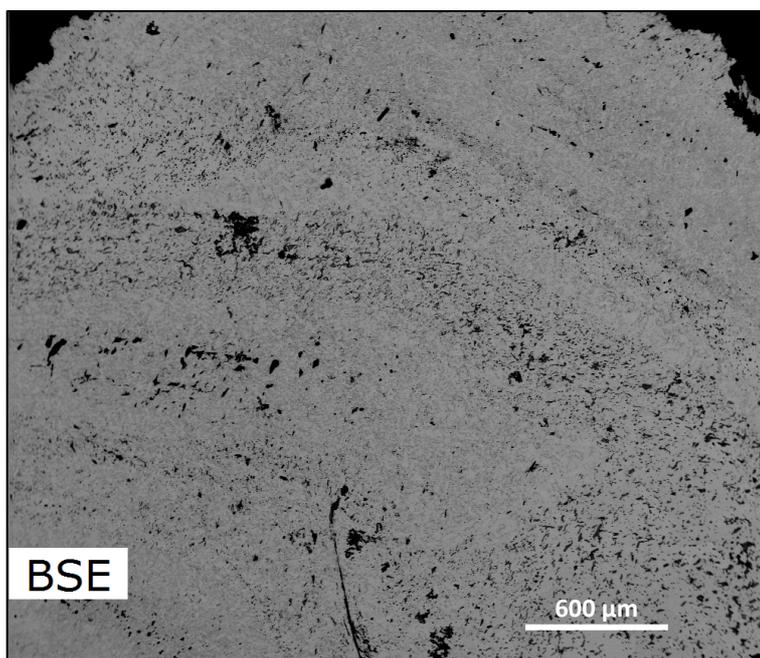


Figura 19 – Imagem eletrônica por BSE (MEV) de uma seção transversal da adaga de lâmina reta, não apresentando áreas com teor significativo de Ni.

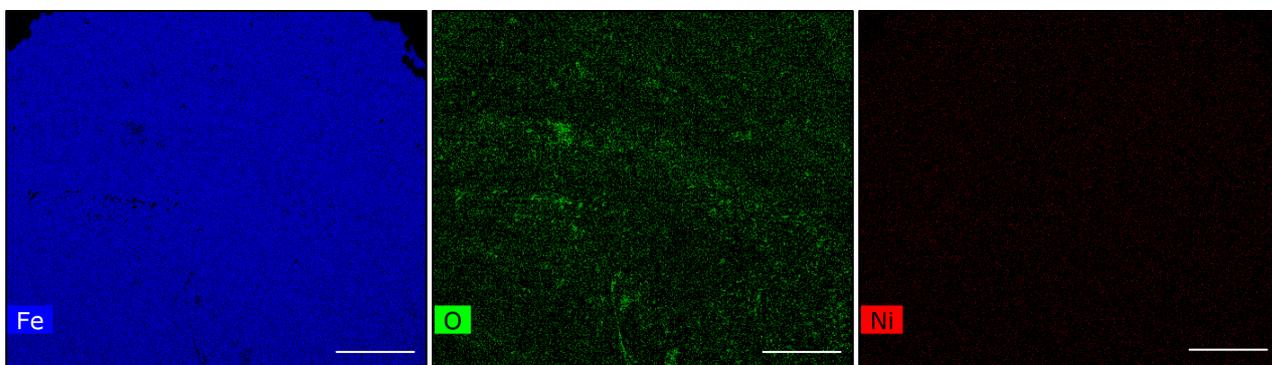


Figura 20 – Mapas composicionais dos elementos Fe, O e Ni (escala: 600 μm)

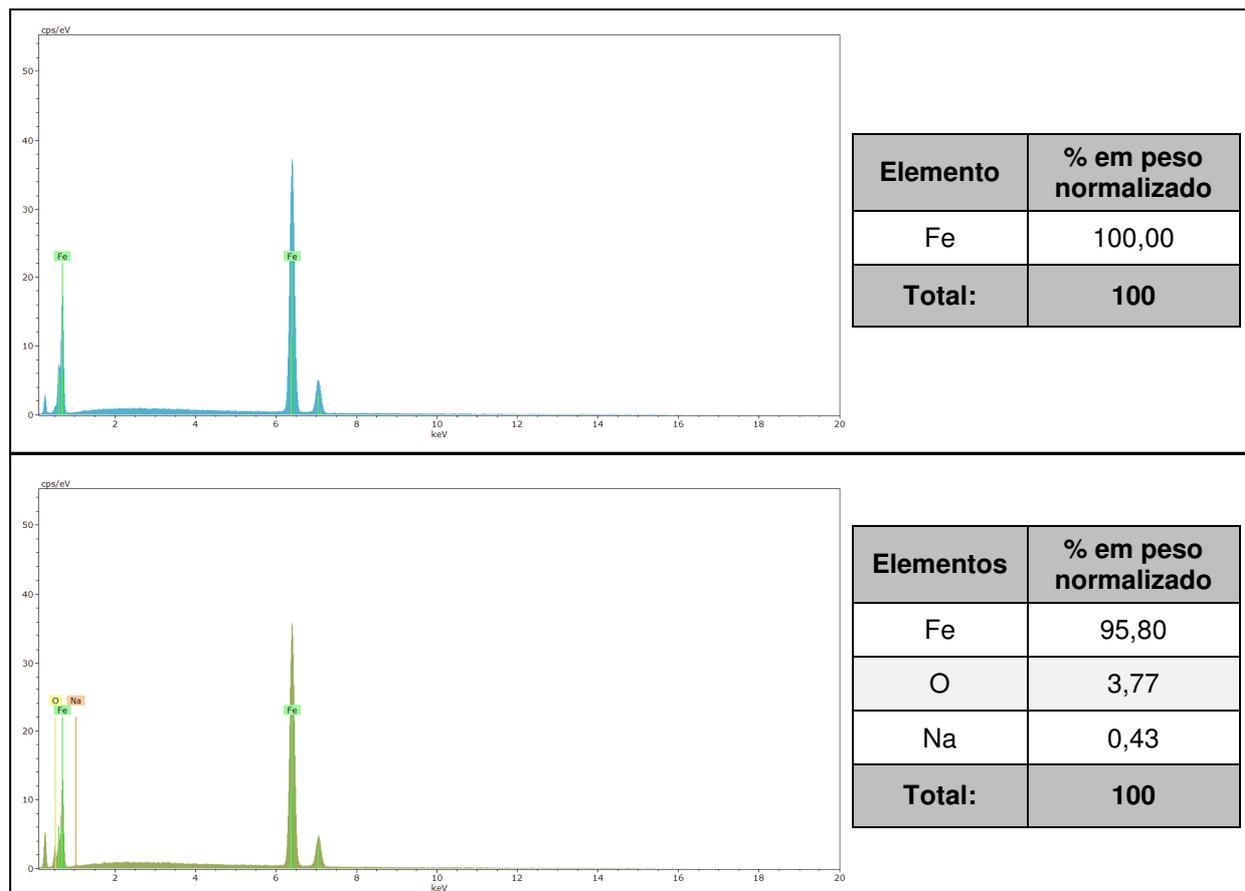


Figura 21 – Espectros composicionais gerados por MEV/EDS indicando ausência de Ni na adaga kris de lâmina reta.

- **Adaga Kris de Lâmina Sinuosa**

A partir dos estudos realizados, foi possível identificar características compatíveis com ligas forjadas a partir de ferro meteorítico. Desta forma, foi adotado o mesmo procedimento realizado com a ponta de flecha, sendo o material submetido à análise de microscopia eletrônica para averiguar tal hipótese.

Na análise por MEV/EDS, a adaga de lâmina sinuosa mostrou aproximadamente a presença de 21% de Ni em uma fase e 5% de Ni em outra, sendo gerada imagem por BSE (Figura 22) e espectros composicionais (Figura 23A e 23B). Em seguida, foi analisada pela EPMA/EDS-WDS, sendo possível identificar duas fases deste metal, uma com até 26% e outra entre 6% e 12%, além de uma terceira apenas contendo Fe.

Posteriormente, foi submetida à microscopia ótica para estudos relacionados ao tratamento térmico sofrido por suas ligas metálicas. Verificou-se que a lâmina sofreu tratamento térmico de recozimento por alívio de tensões e/ou de revenimento com um resfriamento mais lento, sem alcançar a austenitização, uma vez que os grãos se apresentam apenas recristalizados (Figura 24A e 24B).

A lâmina apresentou nas áreas pobres em Ni (ferríticas) durezas em torno de 160 HV e nas mais ricas em Ni (austeníticas) 350 HV, o que está compatível com as fases kamacita e taenita de meteoritos.

A metalografia mostra que a lâmina foi trabalhada a quente e martelada longitudinalmente, enquanto que a parte de onde foi retirada a amostra (da proeminência ligada ao cabo) submeteu-se a torções para prover o formato cilíndrico-arredondado. Esses objetos são famosos por suas lâminas consistirem em numerosas camadas feitas por um processo de forjamento complicado, envolvendo dobras repetidas e soldagem de camadas individuais.

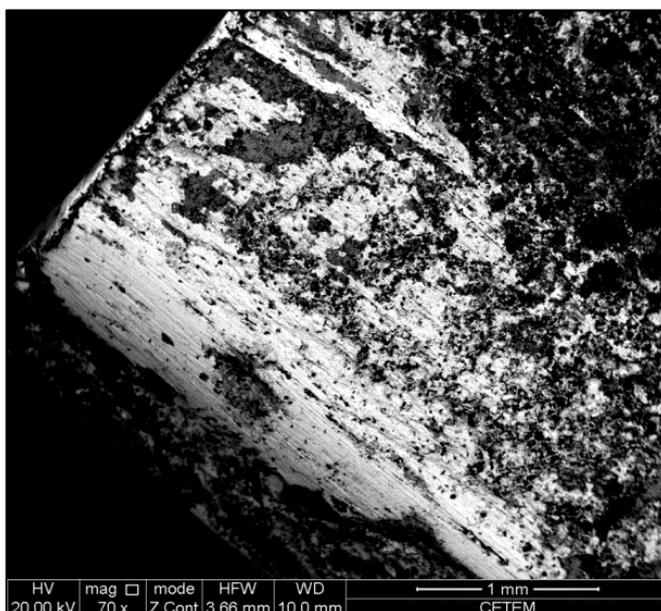
Nota-se, também, que a maioria das inclusões foi observada no Fe sem Ni, sendo composta por Mn e proveniente, provavelmente, de algum material de escória (impurezas). Como a análise química e a composição desta liga revelaram mais de 2% de Mn, assim como na ponta de flecha, pode-se inferir que ambos os artefatos foram forjados a partir de 1840, quando a técnica de adição deste elemento ao Fe fundido foi iniciada, resultando em um metal livre de porosidade (WILTZEN & WAYMAN, 1999).

Semelhante à ponta de flecha, a concentração elevada de Ni está condizente com a fase taenita dos meteoritos, enquanto que as partes mais pobres em Ni, com a kamacita. Porém, novamente, em nenhuma das fases, em especial na equivalente à kamacita, foi detectada a presença significativa de C, Co e P.

O estudo também revelou que foram utilizados dois tipos de ligas metálicas para a fabricação da adaga (Figura 25): um Fe praticamente puro, podendo ser de ligas Fe-C; e outro proveniente de um sistema Fe-Ni, com porcentagens de Ni compatíveis com as de meteoritos do tipo octaedrito.

Apesar de não ser visualizada nenhuma estrutura característica de meteorito, estas podem ter sido destruídas durante os processos térmicos e mecânicos do forjamento da lâmina desta adaga.

Figura 22 – Imagem eletrônica por BSE (MEV) de uma seção longitudinal da adaga de lâmina sinuosa: áreas mais claras são mais ricas em Ni, enquanto que as mais escuras, pobres.



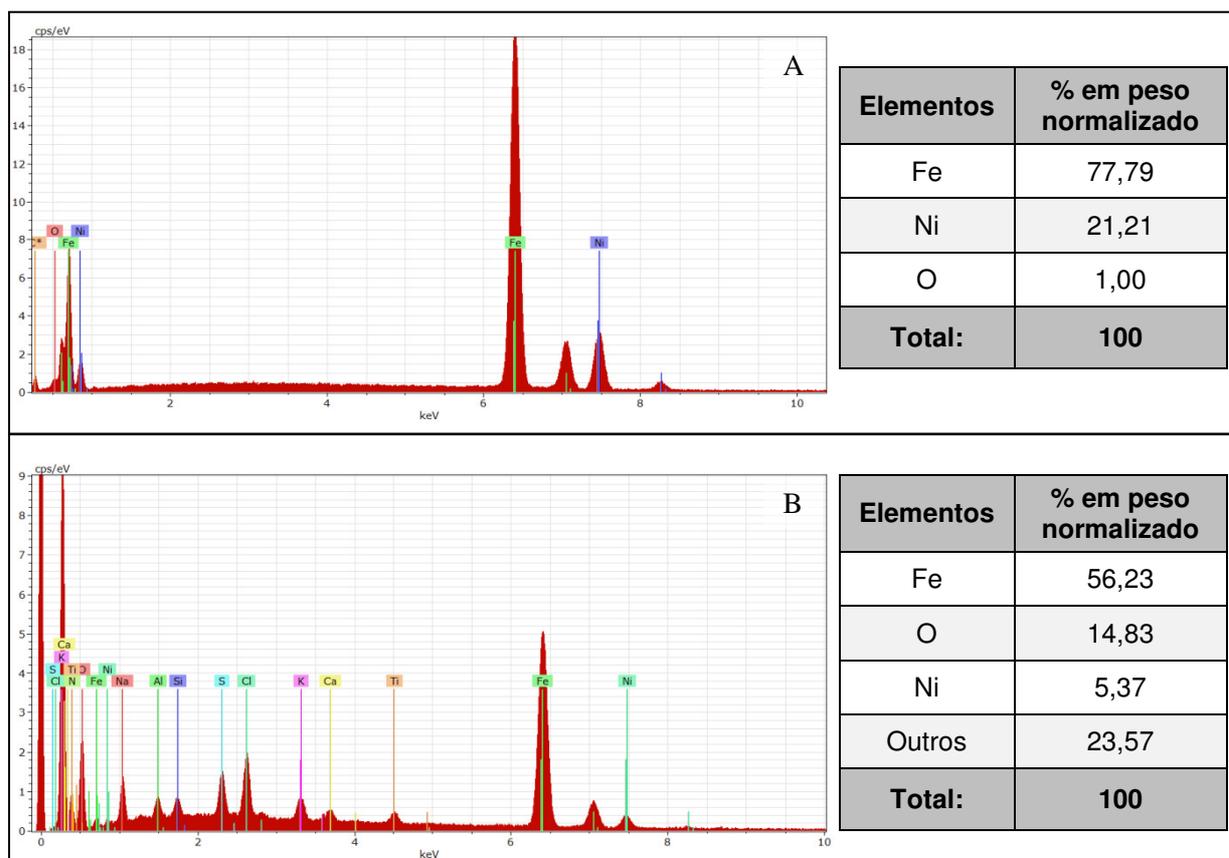


Figura 23 – Espectros composicionais gerados por MEV/EDS mostrando as fases mais rica **(A)** e mais pobre **(B)** em Ni da adaga *kris* de lâmina sinuosa.

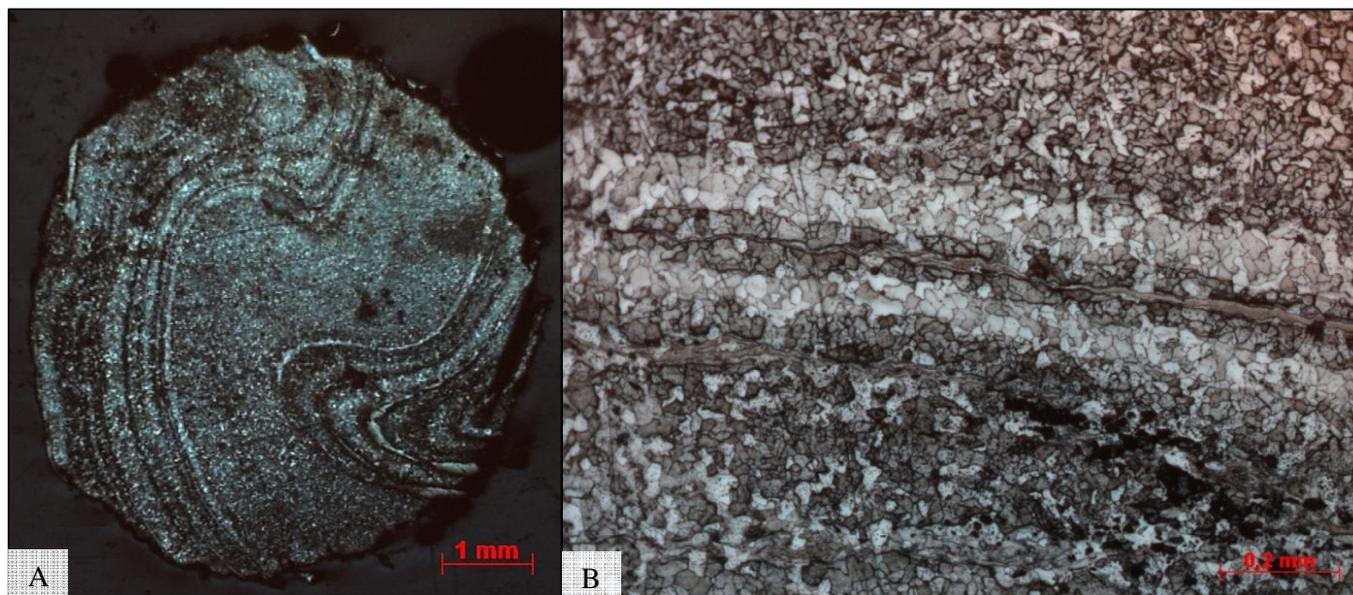


Figura 24 – Fotomicrografias em luz refletida mostrando uma seção transversal inteira **(A)** da adaga de lâmina sinuosa e uma área com maior ampliação **(B)**. Após o ataque (nital 2%), verifica-se que os grãos se apresentam recristalizados, sugerindo que a lâmina tenha sofrido tratamento térmico de revenimento ou recozimento por alívio de tensões com um resfriamento mais lento.

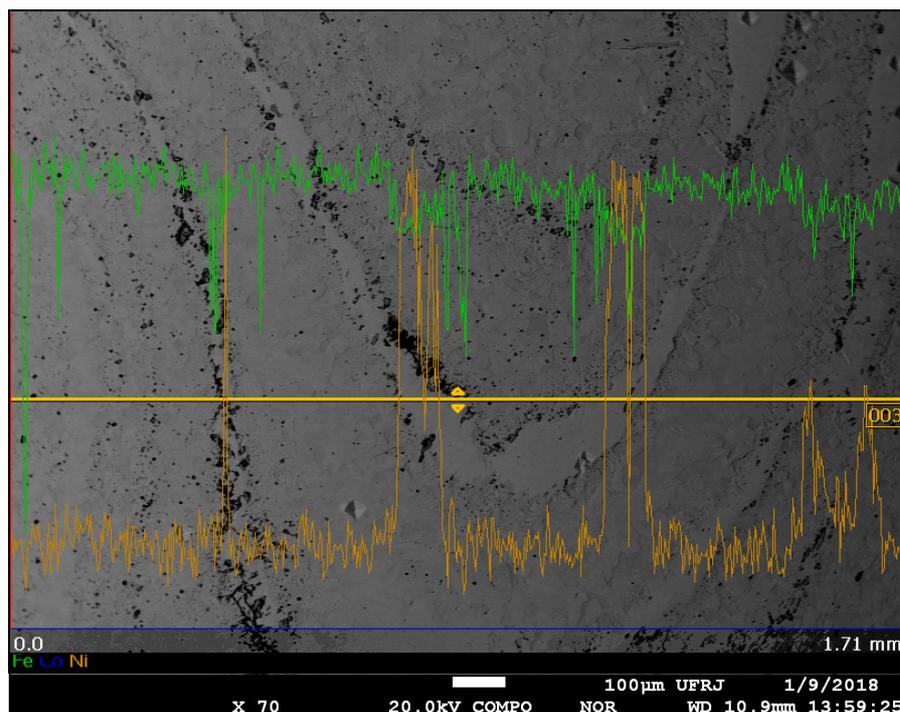


Figura 25 – Perfil de Ni (laranja), Fe (verde) e Co (azul) realizado por EPMA/WDS ao longo das bandas de uma seção transversal da adaga de lâmina sinuosa, cuja laminação não se faz muito proeminente. Nota-se, visivelmente, a junção de duas ligas, uma rica em Ni e outra de Fe sem Ni.

Informações Relevantes

Metalograficamente, a estrutura de *Widmanstätten* pode ser usada como um critério seguro de origem meteorítica (BUCHWALD, 1975). A estrutura é mantida se o objeto for trabalhado a frio e, posteriormente, recozido a baixas temperaturas (BUCHWALD & MOSDAL, 1985). No entanto, se trabalhado a quente, pode causar a perda completa daquela estrutura, resultando na formação de martensita (TYLECOTE, 1987).

De acordo com as análises efetuadas, não foi possível identificar figuras de *Widmanstätten* em nenhum dos artefatos, o que coloca em cheque a origem meteorítica de suas ligas ou, se realmente forem meteoríticas, tais estruturas foram destruídas por terem sofrido trabalho a quente em seu forjamento.

Os objetos de Fe telúrico têm um conteúdo de Ni uniformemente distribuído, mas não superior a 4%. Os esquimós do oeste da Groelândia, por exemplo, martelaram a frio e trabalharam a quente meteoritos, bem como o Fe telúrico, achatando fragmentos de pequenos tamanhos em discos e usando-os com uma alça de osso, como facas serrilhadas ou “*ulus*” (facas femininas). Na Tabela 1, pode-se conferir um resumo das principais características dos tipos de ferro comumente utilizados na confecção de objetos.

Tabela 1: Características de cinco tipos de ferro utilizados para confecção de objetos.

(Fonte: modificado de BUCHWALD; MOSDAL, 1985)

Tipos de Ferro	Ni %	Co %	P %	C %	Microdureza HV	Fosfetos	Taenita	Escória
Meteorítico	> 5	> 0,4	0,1-0,3	< 0,1	175-350	+	+	-
Telúrico	1-4	0,1-0,4	< 0,08	< 0,2	125-250	-	-	-
Forjado	< 0,2	< 0,01	0-0,5	0-1	100-900	-	-	+
Fundido	0,5-1,5	*	0-1,0	2,1-6,7	*	+	-	+
Aço	0,3-3,75	*	< 0,04	0-2,14	*	+	-	-

Legenda: * valores não determinados | + presente | - ausente

Sugere-se que a análise química completa e o exame em microscopia eletrônica de bandas de Fe- α e Fe- γ em superfícies metálicas e/ou oxidadas complementados com o estudo de inclusões podem determinar com melhor precisão a origem de um artefato rico em Ni.

Inicialmente, descartou-se a proveniência meteorítica da liga metálica da adaga *kris* de lâmina reta, pois não foram identificadas concentrações significativas de Ni nas análises realizadas no MEV.

A microestrutura da ponta de flecha mostrou martensita no meio da seção, com Fe- α recristalizado e Fe- γ precipitado nas bordas dos grãos. Na escala Vickers (100 gm de carga), a microdureza da martensita foi de até 450 HV e das fases com Ni, 190 HV. Enquanto que a adaga *kris* de lâmina sinuosa mostrou apenas recristalização de grãos de Fe- α (160 HV) e bandas de Fe- γ (350 HV), além de apresentar uma fase de Fe praticamente puro.

Através da microscopia eletrônica (MEV/EPMA), foram analisados 81 pontos na ponta de flecha e 50 pontos nas amostras da adaga *kris* de lâmina sinuosa, produzindo concentrações significativas de Ni de, aproximadamente, 3 a 20% e 6 a 26% em peso, respectivamente. Os valores de C, Co e P correspondentes ficaram abaixo 1% em peso em ambos os materiais. Na Tabela 2, pode-se conferir um resumo das principais características encontradas nas ligas metálicas destes artefatos.

Uma análise detalhada das camadas individuais de Ni nas amostras análogas revelou

que o Fe-Ni foi redistribuído durante o processo de forjamento. Normalmente, as bandas/camadas finas (espessura média na faixa sub-mm) estão quimicamente zonadas, com concentrações de Ni mais altas.

Tabela 2: Características dos dois artefatos analisados cujo ferro pode ter origem meteorítica.

Artefatos	Ni %	Co %	P %	C %	Microdureza HV	Fosfetos	Taenita	Escória
Ponta de Flecha	3-20	0-0,08	0-0,02	-	190-450	-	+	+
Adaga <i>Kris</i> de Lâmina Sinuosa	6-26	0-0,03	0-0,02	-	160-350	-	+	+

Legenda: + presente | - ausente (não detectado)

Apesar de não terem sido examinadas as pontas de flecha que não contêm Ni, os índios brasileiros não teriam condições de fundir ligas desta qualidade, pois necessitariam de condições bem tecnológicas para seu refino (CHIARA, 1986; MÉTRAUX, 1986).

Há um interesse especial nas adagas *kris*, pois é sabido que algumas lâminas foram feitas adicionando ligas de Fe-Ni meteorítico ao ferro terrestre durante a forja. A maioria do metal meteorítico foi retirada do meteorito de ferro Prambanan, que caiu em Java Central e é conhecido desde 1784 (BRANDSTÄTTER *et al.*, 2016).

Devido a várias restrições, a identificação de uma mistura meteorítica nas lâminas *kris* não é uma tarefa trivial. As principais complicações incluem o uso exclusivo de métodos não destrutivos, o tamanho dos objetos com um comprimento acima de 30 cm, a localização de áreas/pontos adequados para análise química e as limitações inerentes aos métodos aplicados.

Como característica geral, as análises da ponta de flecha quanto da adaga *kris* de lâmina sinuosa apresentam uma correlação positiva entre as abundâncias de Fe- α e Fe- γ dentro da faixa de concentração esperada para uma possível mistura de liga Fe-Ni de meteoritos metálicos ao ferro terrestre.

Entretanto, devido, principalmente, às concentrações de Co estarem abaixo dos padrões encontrados em tais meteoritos, não é possível caracterizar essas ligas Fe-Ni como sendo provenientes de ferro meteorítico, de fato.

Considerações Finais

Esta pesquisa apresenta de forma coerente os resultados analíticos obtidos nas ligas metálicas de três artefatos acondicionados no Museu Nacional/UFRJ. Concluiu-se que a detecção da origem meteorítica de um ferro rico em Ni não depende de uma única análise química, mas em uma combinação de análises químicas, microscopias eletrônicas e exames metalográficos. Essas técnicas analíticas podem determinar a estrutura do metal e do óxido, as possíveis transformações induzidas em trabalhos a quente e a frio, bem como a natureza das inclusões.

Os critérios para a determinação do ferro forjado/fundido rico em Ni não são tão óbvios. O trabalho aqui realizado mostrou que o forjamento de ligas metálicas e/ou de ferro telúricos resulta em grandes variações de Ni e possível redução/oxidação de Co e de outros elementos menores. Essas variações, associadas ao tipo de trabalho (a frio e/ou a quente), podem explicar a presença das texturas encontradas (recristalizada e martensítica) nos artefatos estudados.

De acordo com os dados adquiridos, tanto a ponta de flecha quanto a adaga *kris* de lâmina sinuosa apresentam concentrações compatíveis com as fases taenita (mais rica em Ni) e kamacita (mais pobre em Ni) dos meteoritos metálicos. Por outro lado, já é possível descartar a proveniência meteorítica da adaga *kris* de lâmina reta devido à ausência de tal elemento.

Como o Co se apresenta em concentrações abaixo do esperado em meteoritos metálicos, não há dados de bibliografia que indiquem o comportamento deste elemento com os tratamentos térmicos sofridos pelas peças examinadas. Devido ao trabalho a quente aplicado no final da forja das ligas Fe-Ni destes objetos, não foi possível também observar o padrão *Widmanstätten* característico de tais meteoritos.

Se estes artefatos fossem da Antiguidade, não haveria dúvidas sobre a procedência, mas por serem mais recentes, após o advento da técnica do ferro forjado/fundido, não se pode afirmar que sejam meteoríticos e nem descartar esta hipótese.

Vale destacar que a adaga *kris* de lâmina sinuosa foi incorporada à coleção do Setor de Meteorítica e estava exposta na Exposição de Meteoritos “Da Gênese ao Apocalipse” até ocorrer o trágico incêndio na Instituição.

Assim, este estudo contribuiu para completar mais uma lacuna no campo da meteorítica, além de valorizar o acervo do Museu Nacional/UFRJ e, conseqüentemente, expandir o conhecimento de meteoritos nas Geociências.

Referências

- BRANDSTÄTTER, F.; MIGLIORI, A.; VISSER, S.; GIESTER, G.; TOPA, D.; KUHN-SAPTODEWO, S.; KOEBERL, C. Meteoritic Iron in Javanese Kris Daggers: A Comparative XRF Study Performed on Original Daggers and Newly Forged Test Objects. In: 79th Annual Meeting of the Meteoritical Society, Berlin, Agosto, 2016. *LPI Contribution*, nº1921, id.6168, 2016.
- BUCHWALD, Vagn Fabritius. *Handbook of Iron Meteorites: Their History, Distribution, Composition and Structure*. Los Angeles: University of California Press, 1975.
- BUCHWALD, Vagn Fabritius; MOSDAL, Gert. *Meteoritic iron, telluric iron and wrought iron in Greenland*. Copenhagen: The Commission for Scientific Research in Greenland, 1985.
- BURKE, John G. *Cosmic Debris: Meteorites in History*. Los Angeles: University of California Press, 1986.
- CALLISTER, William D. *Fundamentals of Materials Science and Engineering*, 5th Edition. New York: John Wiley and Sons, 2000.
- CHIARA, Vilma. Armas: Bases para uma Classificação. In: RIBEIRO, D. (Ed.) *Tecnologia Indígena; Suma Etnológica Brasileira*. Rio de Janeiro: Vozes/Finep, v. 2, 1986. p. 117-137.
- DEDAVID, Berenice Anina; Gomes, Carmem Isse; MACHADO, Giovanna. *Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras*. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.
- GALE, Walter Keith Vernon. Ferrous Materials. In: MACNEIL, I. (Ed.) *An Encyclopaedia of the history of technology*. Londres: Routledge, 1990. p. 146-185.
- GOODWAY, Martha. History of Casting. In: FRISSELL, H. J. (Ed.) *ASM Metals Handbook Vol. 15: Casting*, Ohio: ASM International, 1998. p. 12-54.
- JENSEN, Karsten *Sejr. Den Indonesiske Kris - Et Symboladet Våben*. Denmark: Devantier, 1998.
- MÉTRAUX, Alfred. Armas. In: RIBEIRO, D. (Ed.) *Tecnologia Indígena; Suma Etnológica Brasileira*. Rio de Janeiro: Vozes/Finep, v. 2, 1986. p. 139-161.
- PERRY, Stuart Hoffman. The metallography of meteoric iron. Washington, Smithsonian Institution, *Bulletin of the United States National Museum*, v.184, 1944.
- RICKARD, Thomas Arthur. The Use of Meteoric Iron, *The Journal of the Royal Anthropological Institute of Great Britain and Ireland*, v.71, n. 1, p. 55-66, 1941.
- SCOTT, David A.; EGGERT, Gerhard. *Iron and Steel in Art, Corrosion Colorants and Conservation*. London: Archetype Publications, 2009.
- SORBY, Henry Clifton. On the Microscopic Structure of Iron and Steel. *Journ. Iron and Steel Inst.*, v. 30, p. 255-288, 1887.
- TYLECOTE, Ronald Frank. *A History of Metallurgy*, 2nd Edition. London: The Metals Society, 1992.
- TYLECOTE, Ronald Frank. *The Early history of metallurgy in Europe*. Addison-Wesley London: Longman, 1987.
- TYLECOTE, Ronald Frank; BLACK, J. W. B. The effect of hydrogen reduction on the properties of ferrous materials. *Studies in Conservation*, v.25, p. 87-96, 1980.

VOORT, George F. Vander. Metallography of Iron Meteorites. *Advanced Materials & Processes*, v.159, n. 2, p. 37-41, 2001.

WILTZEN, T. S.; WAYMAN, M. L. Steel files as chronological markers in North American fur trade sites. *Archaeometry*, v.41, p. 117-135, 1999.

ZUCOLOTTO, Maria Elizabeth. *Meteoritos Metálicos, Uma Visão Geral*. Tese (Doutorado) – Programa de Pós-Graduação em Geologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1988.

ZUCOLOTTO, Maria Elizabeth; FONSECA, Ariadne do Carmo; ANTONELLO, Loiva Lízia; MONTEIRO, Felipe Abrahão. *Decifrando os Meteoritos*. Rio de Janeiro: Museu Nacional/UFRJ, Série Livros 52, 2013.