

# EFEITO DOS CICLOS TÉRMICOS SOB CARGA NA ESTRUTURA DA LIGA MONOCRISTALINA Cu-13,7%Al-4,2%Ni<sup>1</sup>

*Elaine Cristina Pereira<sup>2</sup>*  
*Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova<sup>3</sup>*  
*Anatoliy Nikolaevich Matlakhov<sup>3</sup>*  
*Rosane Toledo<sup>4</sup>*  
*Luiz Otávio Soares dos Santos<sup>5</sup>*

## Resumo

No presente trabalho foi estudada uma liga monocristalina Cu-13,7%Al-4,2%Ni (% em peso) que exhibe transformações martensíticas reversíveis (TMR). A liga foi submetida a múltiplos ciclos de aquecimento e resfriamento, sob uma carga compressiva, num intervalo que inclui as temperaturas críticas de TMR. Este tratamento termo-cíclico (TTC) se aproxima às condições reais de comportamento dos elementos de força em próteses humanas externas. A liga foi fabricada pela empresa "Memory Crystals Group", na Rússia. Neste estudo, maior atenção foi dada às alterações na estrutura da liga com o acúmulo dos ciclos de TTC. Na caracterização da liga foram envolvidas as análises por microscopia ótica, difração de raios-X e microdureza Vickers. Para realizar os TTC sob uma carga compressiva foi utilizado um dispositivo adequado ao tratamento. As análises mostraram que ocorrem alterações na estrutura da liga após TTC de 300 ciclos, finalizados desde 0°C até a temperatura ambiente (TA) e desde 90°C até a TA, modificando a participação das fases constituintes. Após 300 ciclos observa-se uma reorientação das lamelas martensíticas e uma tendência ao aumento nos valores de microdureza Vickers. Esta tendência torna-se mais evidente com o aumento dos ciclos aplicados.

**Palavras-chave:** Liga monocristalina Cu-Al-Ni; Transformações martensíticas reversíveis; Tratamentos termo-cíclicos; Estrutura.

## EFFECT OF THE THERMAL CYCLES UNDER LOAD IN THE STRUCTURE OF THE MONOCRYSTALLINE Cu-13,7%Al-4,2%Ni ALLOY

### Abstract

In this work, a monocrystalline Cu-13.7wt%Al-4wt%Ni alloy exhibiting reversible martensitic transformation (RMT) was studied. The alloy was submitted to thermo-cycling treatment (TCT) under one load in an interval that covers the critical temperatures associated with RMT. This treatment is approaching the conditions of actual behavior of the elements of strength in external human prostheses. The Russian firm "Memory Crystals Group" was responsible for the fabrication of the alloy. In this study, a greater attention was paid to the structural changes of the alloy after TCT. Optical microscopy, X-ray diffraction and microhardness Vickers were used to characterize the alloy. A special device was developed to allow for the TCT analysis under compressive one load. Analyses showed that occur changes in the structure of the alloy after TCT of 300 cycles, with a last half cycle from 0 °C to room temperature (RT) and from 90 °C to RT, modifying the participation of the constituent phases. After 300 cycles there is a reorientation of the martensites plates and a tendency to increase the values of Vickers microhardness. This tendency becomes more evident with the increase of cycles applied.

**Keywords:** Monocrystalline Cu-Al-Ni alloy; Reversible martensitic transformations; Thermo-cycling treatments; Structure.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

<sup>2</sup> *Doutoranda do LAMAV/CCT/UENF <elaine@uenf.br>*

<sup>3</sup> *Eng. Metalúrgica, M.Sc., Ph.D., Professora Associada, LAMAV/CCT/UENF.*

<sup>4</sup> *Eng.ª Elétrica, DsC., Pesquisadora, LCFIS/CCT/UENF.*

<sup>5</sup> *Eng.º Metalúrgico, LAMAV/CCT/UENF.*

## 1 INTRODUÇÃO

As ligas metálicas que exibem o Efeito de Memória de Forma (EMF) apresentam propriedades específicas, provenientes das Transformações Martensíticas Reversíveis (TMR).<sup>[1-3]</sup> A maioria das ligas utilizadas nas aplicações tecnológicas, nos campos da engenharia e medicina, são a base de TiNi, pois estas apresentam melhores características de EMF.<sup>[3-6]</sup> Entretanto, devido ao seu elevado custo, outras ligas com EMF também tem sido propostas. As ligas a base de cobre são menos dispendiosas e apresentam vantagens superiores em termos de condutividades térmica e elétrica.<sup>[7-9]</sup>

As ligas monocristalinas Cu-Al-Ni tem recebido uma atenção especial, por apresentarem altos parâmetros de EMF associados a uma boa conformabilidade, plasticidade, sem sofrer fragilização a tratamentos térmicos aplicados, além de alta resistência ao acúmulo de imperfeições estruturais durante Tratamento Termo-Cíclico (TTC).<sup>[7-13]</sup> Tais ligas são baseadas no composto intermetálico Cu<sub>3</sub>Al, onde a fase de alta temperatura  $\beta_1$ , com estrutura cúbica ordenada do tipo DO<sub>3</sub>, pode se transformar para a fase martensítica  $\gamma'_1$ , ordenada do tipo Cu<sub>3</sub>Ti.<sup>[14-17]</sup>

Para realizar o EMF em regime repetitivo, estas ligas requerem múltiplos ciclos de aquecimento e resfriamento, num intervalo de temperatura que abrange as temperaturas críticas de TMR. Uma das limitações para a aplicação prática das ligas com EMF é a alteração no seu comportamento após múltiplos ciclos térmicos. É conhecido que o TTC promove mudanças na estrutura e composição de fase da liga, bem como modifica suas propriedades físicas e mecânicas.<sup>[3,7-11]</sup> Em fato, cada ciclo térmico pode produzir imperfeições adicionais, na qual interfere nas características das TMR e pode ser responsável pelas variações nas temperaturas críticas associadas com as TMR.<sup>[7,10,11]</sup>

Além das solicitações térmicas, as TMR podem se desenvolver sob cargas aplicadas, o que é típico para elementos de força de diversos atuadores. As cargas aplicadas originam tensões, deformações e transformações de fases adicionais, que alteram a estrutura e propriedades do material de maneira complexa.<sup>[4,7-13]</sup> Entretanto, estes aspectos têm sido pouco investigados nas ligas à base de cobre.

O principal objetivo deste trabalho foi investigar as alterações na estrutura de uma liga monocristalina Cu-13,7%Al-4,2%Ni, após 100, 200, 300, 400 e 500 ciclos térmicos sob uma carga, criando tensões compressivas, num intervalo que abrange as temperaturas críticas de TMR.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

A liga monocristalina Cu-13,7%Al-4,2%Ni foi fabricada pelo "Memory Crystals Group", na Universidade Técnica de São Petersburgo, Rússia.

A análise por calorimetria exploratória diferencial (DSC), da liga no estado como recebido, foi avaliada em um trabalho anterior [14]. Foi determinado que no aquecimento, a TMR reversa  $\gamma'_1 \rightarrow \beta_1$  ocorre no intervalo de +33°C ( $A_s$ ) a +77°C ( $A_f$ ), associada ao processo endotérmico. Durante o resfriamento da liga, a TMR direta  $\beta_1 \rightarrow \gamma'_1$  ocorre entre +51,7°C ( $M_s$ ) e 20°C ( $M_f$ ), associadas ao processo exotérmico. Esta análise é de extrema importância, pois, determinam as temperaturas críticas de TMR, necessárias para a realização dos ensaios de TTC.

As amostras foram cortadas em um cortador mecânico MINITOM, lixadas e polidas com pastas de alumina de 1  $\mu$ m e 0,1  $\mu$ m, sem ataque químico.

A identificação da composição de fase da liga foi realizada através da análise de difração de raios-X com radiação  $\text{Co-K}\alpha$ , num difratômetro do tipo SEIFERT modelo URD-65, para a faixa  $2\theta$  entre  $20^\circ$  e  $90^\circ$ , com um passo de varredura de  $0,03^\circ$  por 1s de acumulação, em temperatura ambiente de laboratório.

A caracterização metalográfica da liga foi realizada através do microscópio ótico NEOPHOT-32. Os ensaios de microdureza foram executados com o auxílio de um dispositivo MHP-100, adaptado ao microscópio ótico.

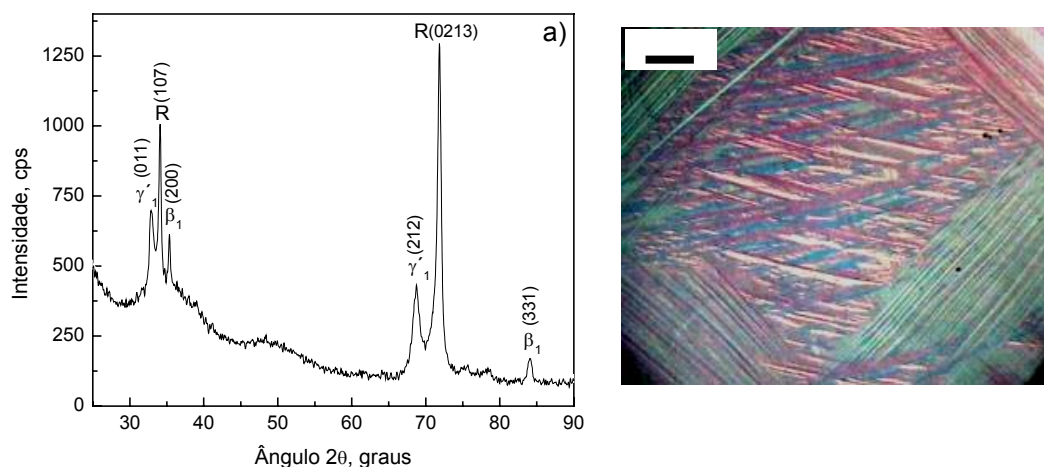
A liga foi submetida ao aquecimento até  $+90^\circ\text{C}$  (acima de  $A_f$ ) e resfriamento até  $0^\circ\text{C}$  (abaixo de  $M_f$ ), acumulando 100, 200, 300, 400 e 500 ciclos térmicos. O tratamento foi realizado com o auxílio de um dispositivo apropriado ao tratamento. A carga aplicada durante os ciclos térmicos foi de 0,35 kg, o que corresponde a uma tensão de  $26 \times 10^{-2}$  MPa, situada abaixo do limite de pseudo-escoamento da liga.

O aspecto morfológico e a estrutura final da liga foram caracterizados a temperatura ambiente (TA), finalizando o tratamento desde  $0^\circ\text{C}$  até TA, sob a carga, e desde  $90^\circ\text{C}$  até a TA, sem a carga aplicada.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

No estado inicial, a liga monocristalina  $\text{Cu-13,7\%Al-4,2\%Ni}$  apresenta três fases metaestáveis: a fase de alta temperatura  $\beta_1$ , ordenada do tipo  $\text{BiF}_3$ ,<sup>[15]</sup> a fase martensítica  $\gamma'_1$ , ordenada do tipo  $\text{Cu}_3\text{Ti}$ ,<sup>[16]</sup> e a fase  $\text{Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$  ordenada, do sistema romboédrico, denominada neste trabalho fase R<sup>[17,18]</sup> (Figura 1(a)). As fases de alta temperatura  $\beta_1$  e martensítica  $\gamma'_1$  apresentam reflexos com intensidades médias,  $(200)_{\beta_1}$ ,  $(331)_{\beta_1}$  e  $(212)_{\gamma'_1}$ ,  $(111)_{\gamma'_1}$ . Além destes, nas posições angulares de aproximadamente  $34,1^\circ$  e  $71,8^\circ$  observam-se picos de difração com elevadas intensidades pertencentes à fase R, através dos reflexos  $(107)_R$  e  $(0213)_R$ .

A liga  $\text{Cu-13,7\%Al-4,2\%Ni}$  como recebida revela na seção transversal uma microestrutura formada por blocos, onde as diferentes orientações das lamelas martensíticas definem a região central e a periférica (Figura 1(b)). Nos blocos periféricos, as variantes martensíticas são mais finas e possuem orientações preferenciais. Na região central, as lamelas martensíticas se cruzam em V. O aspecto morfológico apresentado é comparável a trabalhos prévios, onde foi avaliada a mesma liga, com pequena variação na composição química.<sup>[11,13,19]</sup>



**Figura 1** – Difratograma (a) e aspecto morfológico (b) da liga  $\text{Cu-13,7\%Al-4,2\%Ni}$  como recebida.

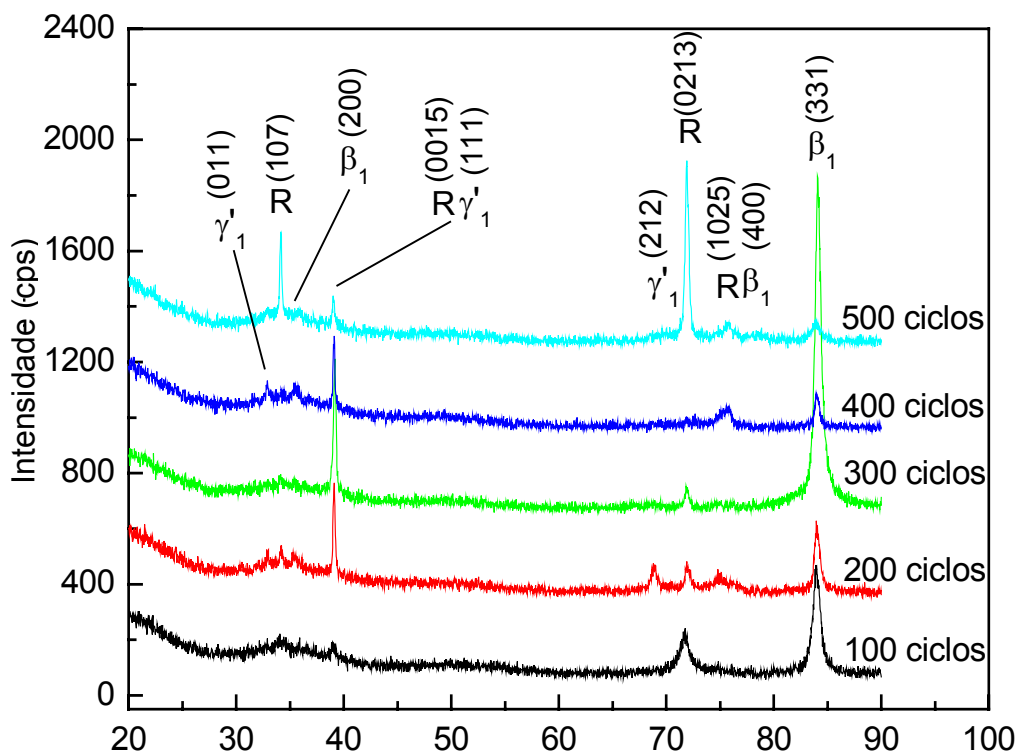
Visto que não existem aspectos microscópicos que revelam a presença da fase R em forma de inclusões ou precipitados (Figura 1(b)), esta tem sido interpretada como uma fase coerente às fases  $\beta_1$  e  $\gamma'_1$ , sendo intermediária e estabilizada na temperatura de análise difratométrica, em torno de 23°C.<sup>[13,19]</sup> A temperatura de análise situa-se no intervalo crítico de TMR  $M_f-A_f$ , conseqüentemente a fase intermediária R pode ser esperada na transformação  $\gamma'_1 \leftrightarrow R \leftrightarrow \beta_1$ .

A Figura 2 apresenta a estrutura da liga após TTC sob carga de 0,35 kg, finalizando o tratamento desde 0°C até a TA, sob carga.

Após 100 ciclos, o difratograma revela a presença da fase  $\beta_1$  através do reflexo  $(331)_{\beta_1}$ , de maior intensidade. Existem reflexos que podem ser atribuídos a certos planos de duas fases diferentes, chamados, neste trabalho, de reflexos com planos de coerência. Para  $\gamma'_1|R$  temos:  $(111)_{\gamma'_1}|(0015)_R$ , com menor intensidade. A fase romboédrica R se verifica através dos reflexos  $(107)_R$ , com baixa intensidade, e  $(0213)_R$ , com intensidade média.

Com o acúmulo de 200 ciclos térmicos nota-se que a intensidade da fase  $\beta_1$  é diminuída. A fase martensítica apresenta novos picos de baixa intensidade como  $(212)_{\gamma'_1}$  e  $(011)_{\gamma'_1}$ . O reflexo com planos de coerência  $(111)_{\gamma'_1}|(0015)_R$  se mostra mais intenso. Os reflexos  $(0213)_R$  e da fase  $\beta_1|R$  apresentando-se com baixa intensidade. O pico  $(107)_R$  também está presente em baixa intensidade.

Após 300 ciclos o difratograma revela participação de  $(331)_{\beta_1}$ , com elevada intensidade,  $(111)_{\gamma'_1}|(0015)_R$ , com intensidade média e  $(0213)_R$ , com baixa intensidade. Com o acúmulo de 400 ciclos o difratograma é composto por reflexos de intensidades médias  $(111)_{\gamma'_1}|(0015)_R$ ,  $(400)_{\beta_1}|(1025)_R$  e  $(331)_{\beta_1}$ . Os demais se apresentam em intensidades baixas:  $(011)_{\gamma'_1}$ ,  $(107)_R$ ,  $(200)_{\beta_1}$ .



**Figura 2** – Difratogramas da liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni após TTC sob carga de 0,35kg, finalizando o tratamento desde 0°C até TA, sob carga.

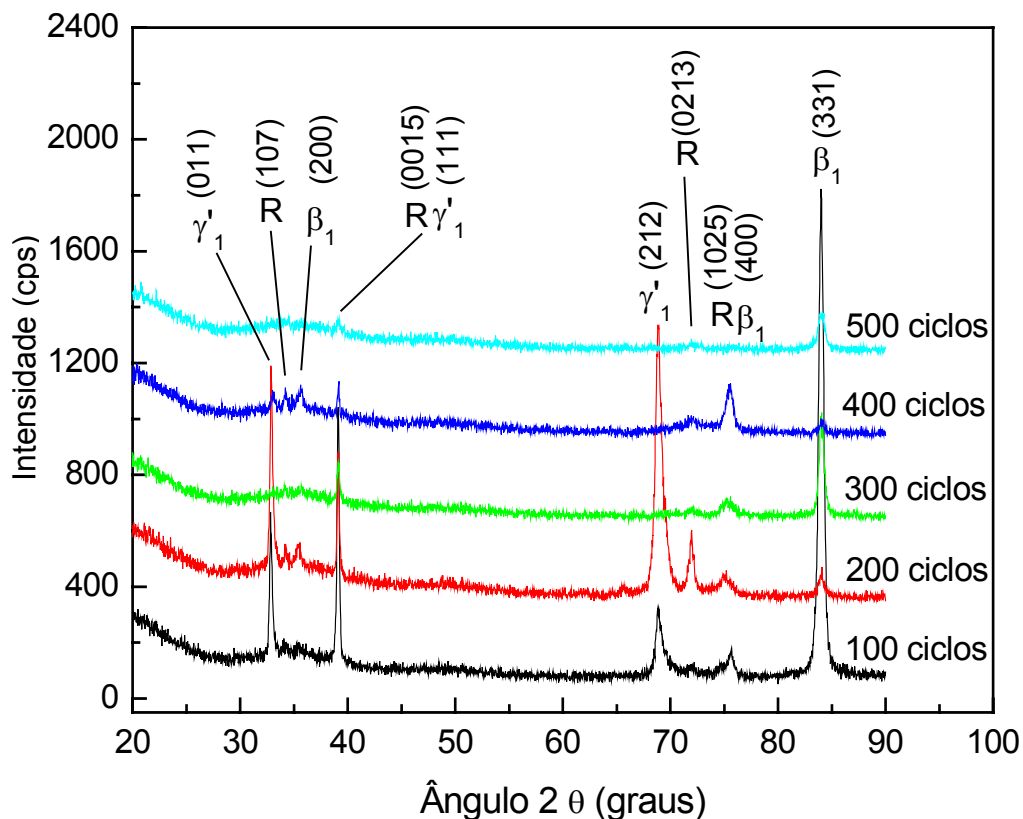
Após 500 ciclos o difratograma revela a presença da fase  $\beta_1$ , através do seu pico característico  $(331)_{\beta_1}$ , com baixa intensidade. A fase R apresenta-se estável através dos reflexos  $(107)_R$  e  $(0213)_R$ , de maiores intensidades. Os reflexos de coerência,  $(400)_{\beta_1}|(1025)_R$  e  $(111)_{\gamma_1}|(0015)_R$ , apresentam-se com baixa intensidade.

Abaixo de 400 ciclos térmicos observa-se que a estrutura da liga é composta principalmente pelas fases  $\beta_1$  [15], e pelos reflexos com planos de coerência do tipo  $\beta_1|R$  e  $\gamma'_1|R$ ,<sup>[15-18]</sup> com pouca participação da fase R (Figura 2).

Os processos ocorridos após TTC de 500 ciclos sob carga, finalizando o tratamento desde 0°C até a TA, sob carga, promovem a estabilização da estrutura composta pelas fases R e pelos reflexos com planos de coerência  $\gamma'_1|R$  e  $\beta_1|R$ . Comportamento similar foi observado em ensaios prévios de uma liga com composição comparável, entretanto, não foi notado nos ensaios sem carga aplicada.<sup>[11,13,19]</sup> A carga pode favorecer este processo.

As alterações estruturais acumuladas na liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni durante TTC, finalizando os ensaios desde 90°C até TA, sem carga, também foram avaliadas. Os resultados obtidos por difração de raios-X estão apresentados na Figura 3. A liga quando aquecida acima da temperatura crítica  $A_f$ , tende aliviar as tensões acumuladas no tratamento anterior, finalizado desde 0°C até TA, sob carga, fato que está correlacionado ao EMF.<sup>[1-3]</sup>

Com o aumento do número de ciclos térmicos, observa-se uma diminuição nas intensidades da fase de alta temperatura  $\beta_1$ , acompanhado com o aumento dos reflexos com planos de coerência da fase martensítica e de alta temperatura. A fase romboédrica está presente na maioria das difratogramas, sempre com baixa intensidade.



**Figura 3** – Difratogramas da liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni após TTC sob carga de 0,35kg, finalizando o tratamento desde 90°C até TA, sem carga.

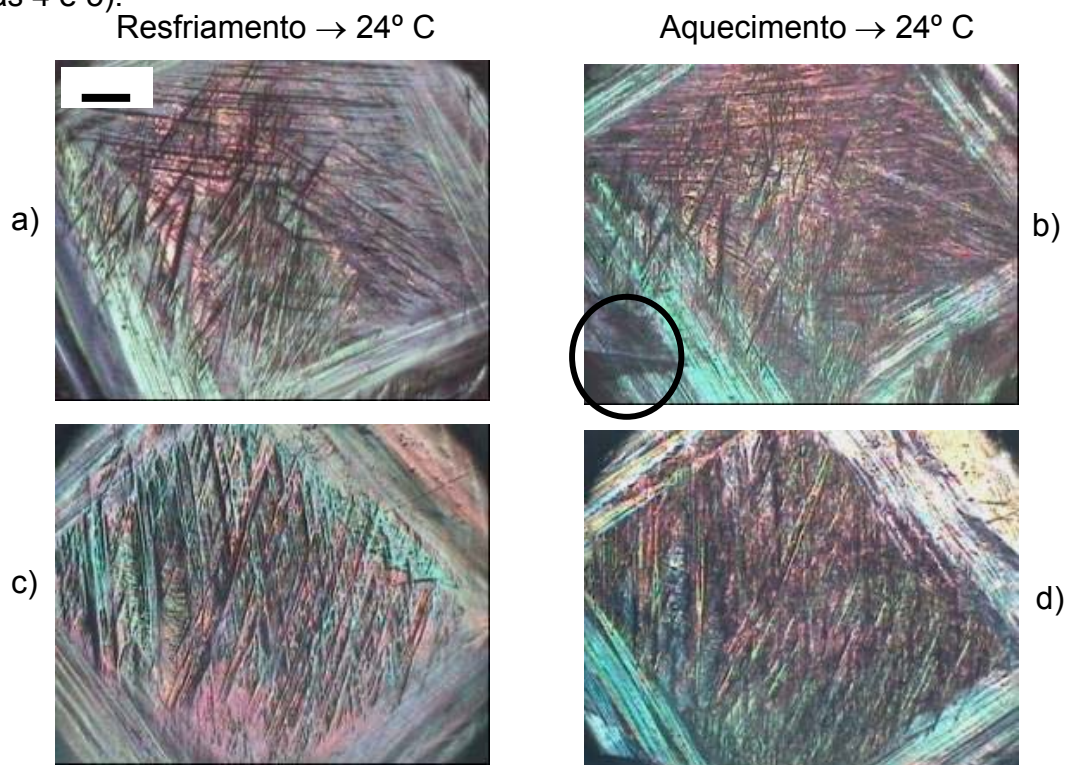
Com o acúmulo de 500 ciclos de TTC, finalizando o tratamento desde 90°C até TA, a estrutura da liga revela uma presença significativa da fase  $\beta_1$  e pouca participação das fases R e  $\gamma'_1$ , sendo coerentes entre si, provavelmente revelando a diminuição das temperaturas críticas  $M_s$  e  $M_f$ . Finalizando os mesmos ensaios desde 0°C até TA, a estrutura da liga revela uma significativa presença das fases R e  $\gamma'_1$ , coerentes entre si, e pouca participação da fase  $\beta_1$ , provavelmente revelando aumento nas temperaturas críticas  $A_s$  e  $A_f$ .

As Figuras 4 e 5 apresentam o aspecto morfológico da liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni após TTC sob carga de 0,35 kg, finalizando o tratamento desde 0°C até TA, sob carga (a,c,e) e, desde 90°C até TA, sem carga (b,d,f).

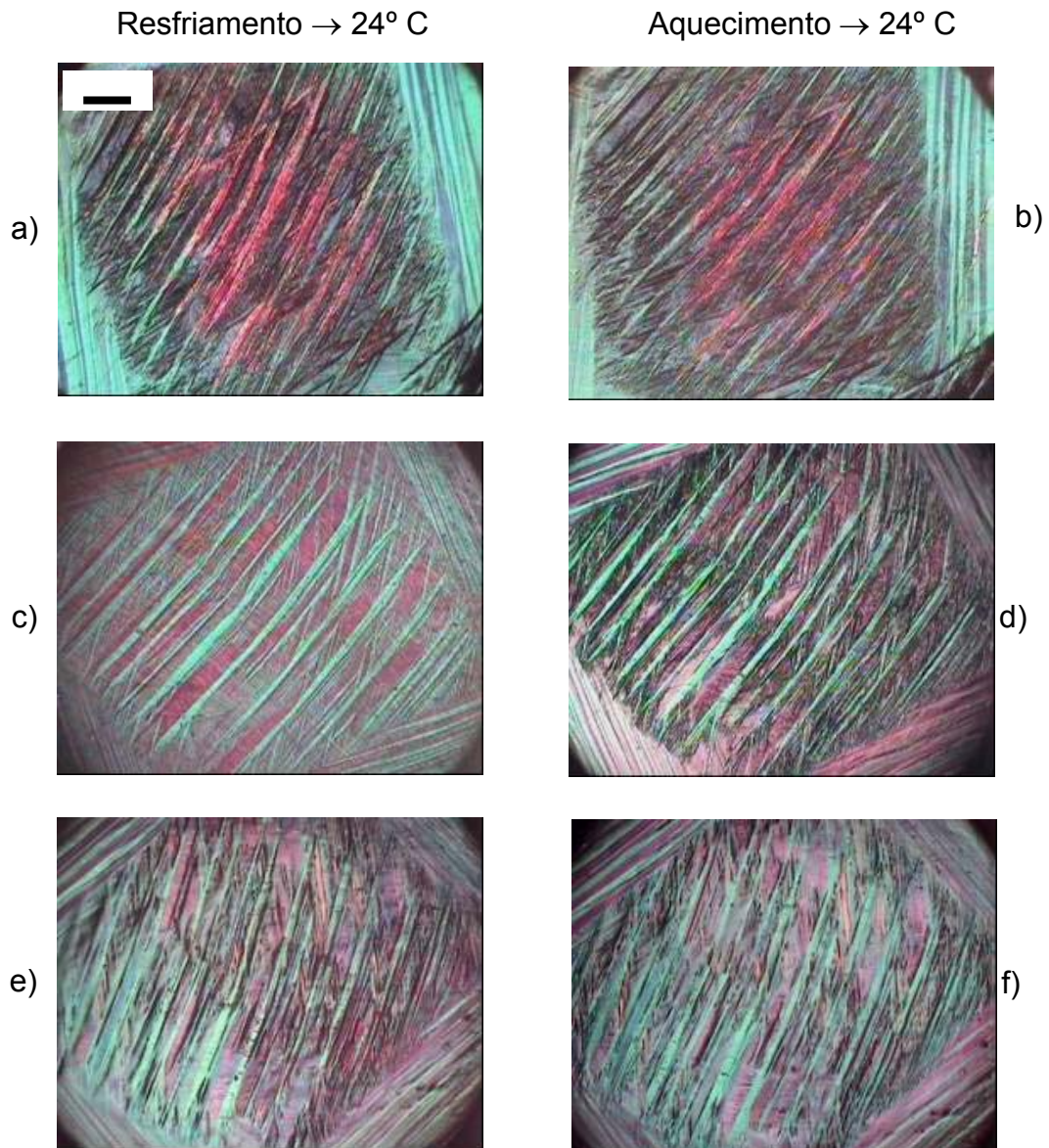
O acúmulo de imperfeições na estrutura durante TTC de 100 ciclos (Figura 4(a,b)), promove o desenvolvimento de profundas linhas de deslizamento, sobrepostas ao relevo característico martensítico. Tais linhas são provenientes das TMR. Com o aquecimento, estas linhas tornam-se microscopicamente superficiais, devido ao alívio de tensões. Na parte periférica uma agulha em forma de lança aparece em destaque (Figura 4(b)), o que evidencia maior presença da fase martensítica  $\gamma'_1$  (Figura 3).

Após TTC de 200 ciclos, Figura 4(c) novamente observa-se o relevo martensítico, que com o aquecimento tende a ser eliminado, acompanhado pela forte coerência entre R $\leftrightarrow$  $\gamma'_1$  (Figuras 3 e 4(d)).

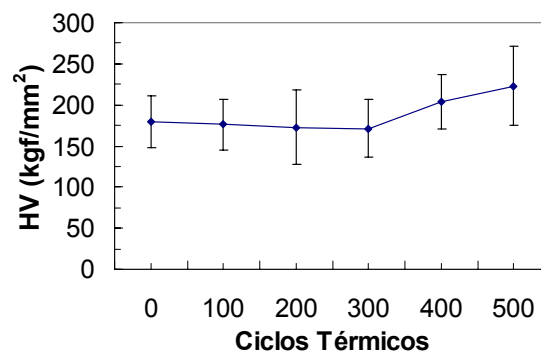
Com o acúmulo de 300 ciclos térmicos observa-se uma visível reorientação das lamelas martensíticas (Figura 5 (a,b)). A microestrutura da liga após TTC de 400 e 500 ciclos apresenta-se praticamente estável, com as lamelas martensíticas bastante orientadas na região central (Figura 5 (c-f)). Por microscopia ótica não foi possível observar mudanças significativas relacionadas com a finalização do TTC (Figuras 4 e 5).



**Figura 4** – Aspectos morfológicos da liga monocristalina Cu-13,7%Al-4,2%Ni após 100 (a,b) e 200 (c,d) ciclos térmicos sob carga de 0,35 kg, finalizando desde 0°C até TA (a,c) e desde 90° C até TA (b,d).



**Figura 5** – Aspectos morfológicos da liga monocristalina Cu-13,7%Al-4,2%Ni após 300 (a,b), 400 (c,d) e 500 (e,f) ciclos térmicos sob carga de 0,35 kg, finalizando desde 0°C até TA (a,c,e) e desde 90°C até TA (b,d,f).



**Figura 6** – Valores de Microdureza Vickers em função dos ciclos térmicos.

A Figura 6 apresenta os valores médios de microdureza Vickers em função dos ciclos térmicos aplicados na liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni. Observa-se um patamar de estabilidade até 300 ciclos térmicos, o que revela a alta resistência da liga ao acúmulo de defeitos estruturais. Isto pode ser explicado pela similaridade entre as estruturas após 100, 200 e 300 ciclos térmicos, finalizados desde 0°C até TA. Acima de 300 ciclos nota-se uma tendência ao aumento nos valores de microdureza, o que é típico para o estado mais deformado, devido ao acúmulo de imperfeições que dificultam o desenvolvimento da transformação. Apesar destas alterações não alcançarem valores superiores ao erro absoluto, provavelmente, os resultados de microdureza, assumirão valores mais elevados, fora da margem de erro, com a ampliação dos ciclos de TTC.

#### 4 CONCLUSÕES

1. A estrutura da liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni após 500 ciclos de TTC, finalizados desde 90° C até TA, revela a presença principal da fase  $\beta_1$  e pouca participação das fases coerentes R e  $\gamma'_1$ , provavelmente, revelando a diminuição das temperaturas críticas  $M_s$  e  $M_f$ . Finalizando os mesmos ensaios desde 0°C até TA, a estrutura da liga revela uma presença significativa da fase R, e pouca participação da fase  $\beta_1$ , provavelmente, acompanhado pelo aumento das temperaturas críticas  $A_s$  e  $A_f$ .

2. O aspecto morfológico da liga Cu-13,7%Al-4,2%Ni após 300 ciclos revela uma reorientação das lamelas martensíticas, que mantêm uma microestrutura estável com o aumento dos ciclos térmicos.

3. As mudanças ocorridas na estrutura da liga durante TTC de 300 ciclos térmicos sob carga, não alteraram de modo significativo, os valores de microdureza Vickers. Acima de 300 ciclos foi observada uma tendência ao aumento nos valores de microdureza, de  $179 \pm 32 \text{ kgf/mm}^2$ , no estado inicial, até  $223 \pm 48 \text{ kgf/mm}^2$ , após 500 ciclos, o que é típico para o estado mais deformado.

4. Poucas alterações no aspecto morfológico e nos valores de microdureza Vickers indicam boa resistência da liga investigada a mudanças irreversíveis durante TTC sob carga aplicada, viabilizando seu uso prático.

#### Agradecimentos

Os pesquisadores agradecem o apoio à pesquisa concedido pela FAPERJ, CAPES e CNPq.

#### REFERÊNCIAS

- 1 KURDIUMOV, G.V., HANDROS, L.G. O equilíbrio termoelástico de fases e transformações martensíticas. Relatórios da Academia de Ciências da SSSR, v. 66, n. 2, p. 211-215, 1949.
- 2 PERKINS, J. Shape Memory Effects in Alloys. Proc Int Conf on Shape Memory Effects and Applications. Toronto-Ontário, Canada. p. 70, 1975.
- 3 OTSUKA, K., WAYMAN, C.M. (Ed.). Shape Memory Materials. Cambridge University Press. Cambridge. 285 p., 2000.
- 4 KOVNERISTYI, Y. K., FEDOTOV, S. G., MATLAKHOVA, L. A. Influence of plastic deformation on the structure, shape memory effect and other properties of TiNi alloy. In: Proceedings of the International Symposium on Shape Memory Alloys. Guilin, China v.1, p. 175, 1986.



- 5 DUERIG, T., PELTON, A., STOCKEL, D. An overview of Nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering A*, n. 273-275, p. 149-160, 1999.
- 6 OTSUKA, K., REN, X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Materials Science* n. 5, p. 511-678, 2005.
- 7 TADAKI, T. Cu-based shape memory alloys. In: Otsuka K, Wayman CM, editors. *Shape Memory Materials*. Cambridge: University Press, p.97-116, 2000.
- 8 MARTYNOV, V., BOKAIE, M. D., JOHNSON, A. D., GRAY G. R. Superelastic and Shape Memory Single Crystal CuAlNi: Fabrication and Applications. *Proc Int Conf on Shape Memory and Superelastic Technologies*. California, USA, May 7-11, 2006.
- 9 NIKOLAEV, V., PULNEV, S., PRIADKO, A., VAHHI, I., BHATTACHARYYA, A. Actuators and Drives Based on CuAlNi Shape Memory Single Crystals. *Proc Int. Conf on Shape Memory and Superelastic Technologies*. California, USA, May 7-11, 2006.
- 10 MORIN, M., TRIVERO, F. Influence of thermal cycling on the reversible martensitic transformation in Cu-Al-Ni shape memory alloy. *Materials Science and Engineering. A* 196, p. 177-181, 1995.
- 11 SILVA, R. J., MATLAKHOVA, L. A., PEREIRA, E. C., MATLAKHOV, A. N., MONTEIRO, S. N., RODRÍGUEZ, R. J. S. Thermal Cycling Treatment and Structural Changes in Cu-Al-Ni Monocrystalline Alloys. *Materials Science Forum* V, n. 514-516, p. 692-696, 2006.
- 12 DIAS, F.R.M., MATLAKHOVA L.A., MATLAKHOV A.N., CARVALHO E.A., TOLEDO. R., RODRÍGUEZ R.S. Comportamento das ligas monocristalinas de Cu-Al-Ni com EMF solicitadas à deformação por compressão. In: 59º Congresso Anual da ABM - Internacional, Brasil, São Paulo, CD-ROOM, p. 3087-3094, 2004.
- 13 PEREIRA, E. C., MATLAKHOVA, L. A., MATLAKHOV, A. N., RODRÍGUEZ, R. S., CASTILLÓ, T. E., MONTEIRO, S. N. Tratamento termo-cíclico sob carga da liga monocristalina. In: 61º Congresso Anual ABM, Brasil, Rio de Janeiro, CD-ROOM, p. 2987-2995, 2006.
- 14 Rangel, S. P. (2006) Análise Metalográfica e Calorimétrica da liga monocristalina de Cu-Al-Ni com EMF submetida a Tratamentos Termo-Cíclicos. Trabalho de Conclusão de curso da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes, RJ. 57p.
- 15 FRISKE, H., ANORG, Z. JCPDS 11-0010. *Allg. Chem.* 258-198, 1949.
- 16 KARSSON, J. JCPDS 07-0108. *Inst. Met.* 79, n. 391, 1951.
- 17 BOWN, M. JCPDS 28-0016. *Acta Crystallogr.* 9, n. 70, 1956.
- 18 JOUINEAU, P. H., STADELMANN, P. *Electron Microscopy Image Simulation* [on line]. Disponível em: <http://cecm.insa-lyon.fr/CIOLS/crystal4.pl/> [capturado em 20 de junho de 2005]. Centre Interdépartemenal de Microscopie Electronique. EPEL, Lausanne. Copyright, 1998.
- 19 PEREIRA, E. C. Influência de tratamentos termo-cíclicos sem e sob cargas na estrutura e propriedades da liga monocristalina de Cu-Al-Ni com efeitos não elásticos. Dissertação de mestrado da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes, RJ. CDD 669.96. 131p.