



**Ana Luiza de Andrade Rocha**

**Estudo Microanalítico da Precipitação de Micro e  
Nanopartículas Magnéticas em Ligas Diluídas de  
Cu-Co**

**Tese de Doutorado**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalurgia do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio.

Orientador: Ivan Guillermo Solórzano-Naranjo

Rio de Janeiro

**Abril de 2007**



**ANA LUIZA DE ANDRADE ROCHA**

**Estudo Microanalítico da Precipitação de Micro e Nanopartículas Magnéticas em Ligas Diluídas de Cu-Co**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

**Prof. Ivan Guillermo Solórzano-Naranjo**

Orientador

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

**Prof. Roberto Ribeiro de Avillez**

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

**Profa. Ivani de S. Bott**

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

**Prof. André Luiz Pinto**

Instituto Militar de Engenharia - IME

**Prof. Ruben Rosenthal**

Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF

**Prof. José Eugenio Leal**

Coordenador Setorial de Pós-Graduação do Centro Técnico Científico da  
PUC-Rio

Rio de Janeiro, 20 de abril de 2007.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem a autorização da universidade, do autor e do orientador.

### **Ana Luiza de Andrade Rocha**

Engenheira Metalúrgica formada pela Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), com Mestrado em Ciência dos Materiais na PUC-Rio e estágio de doutorado-sanduíche na Arizona State University, EUA. Participou de diversos congressos e possui publicações na área de microscopia eletrônica.

#### Ficha Catalográfica

Rocha, Ana Luiza de Andrade

Estudo microanalítico da precipitação de micro e nanopartículas magnéticas em ligas diluídas de Cu-Co / Ana Luiza de Andrade Rocha ; orientador: Guillermo Solórzano. – 2007.

120 f. : il. ; 30 cm

Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais e Metalurgia)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

Inclui bibliografia

1. Metalurgia – Teses. 2. Ligas Cu-Co; nanopartículas. 3. Precipitação. 4. Microscopia eletrônica de transmissão. I. Solórzano, Guillermo. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia. III. Título.

CDD: 669

## Agradecimentos

Ao professor e orientador Guillermo Solórzano pelo estímulo e oportunidade de realizar este trabalho.

Ao professor David Smith da Arizona State University que proporcionou acesso ao “*John M. Cowley Center for High Resolution Electron Microscopy*” e muito contribuiu para a realização deste trabalho através do projeto CIAM. Agradeço também a Prof. Molly McCartney e aos colegas David Cullen e Virgil Soloman da Arizona State University, pela ajuda com alguns procedimentos experimentais.

A colega do DCMM Daniela Werneck pela ajuda na síntese da liga nanométrica.

Ao professor Roberto Avillez pela ajuda com aspectos termodinâmicos tratados neste trabalho.

A professora Elisa Saitovitch e Yutao Xing, ambos do CBPF, pela realização de medidas magnéticas.

Aos funcionários do DCMM, em especial a Luzinete, pelo inestimável apoio técnico e amizade durante todo o doutorado.

Aos colegas do DCMM pela amizade e incentivo constante.

Aos meus pais, pelo apoio e carinho em todos os momentos.

Ao CNPq e a Capes pelo suporte financeiro.

## Resumo

Rocha, Ana Luiza; Solórzano, Guillermo. **Estudo microanalítico da precipitação de micro e nanopartículas magnéticas em ligas diluídas de Cu-Co.** Rio de Janeiro, 2007. 120p. Tese de Doutorado – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Os processos de decomposição isotérmica em ligas diluídas Cu-Co foram investigados por microscopia eletrônica analítica de transmissão com espectroscopia EDS e EELS. A precipitação de partículas ferromagnéticas de Co na matriz de Cu foi revelada por uma variedade de modalidades: contraste de difração e microscopia eletrônica de alta resolução em MET, campo escuro anular em STEM, imagem de energia filtrada e holografia de elétrons. Partículas esféricas coerentes variando entre 10 e 40 nm em diâmetro foram consistentemente observadas desde os primeiros estágios de precipitação. Durante envelhecimento, os precipitados crescem monotonicamente, a energia de desajuste entre o precipitado de Co e a matriz de Cu aumenta significativamente o que, ocasionalmente, resulta na perda de coerência da interface. A precipitação homogênea de partículas incoerentes foi resultado de um duplo tratamento térmico, formando cristais maiores e facetados. No modo de decomposição heterogênea, foi estudada a cinética de precipitação descontínua que desenvolve colônias de partículas em forma de bastonetes regularmente espaçadas e alinhadas perpendicularmente em relação ao contorno de grão. Estes bastonetes perdem estabilidade formando cadeias alinhadas de partículas esféricas. Foi calculada a difusividade intergranular com valores duas ordens de grandeza mais elevadas que a difusividade na matriz neste sistema. Medidas magnéticas indicam a transição de fase do estado superparamagnético para ferromagnético e que a temperatura de transição aumenta com o teor de Co na liga.

### Palavras-chave

Ligas Cu-Co; nanopartículas; precipitação; microscopia eletrônica de transmissão

## Abstract

Rocha, Ana Luiza; Solórzano, Guillermo. **Microanalytical study of magnetic micro and nanoparticles precipitated in dilute Cu-Co alloys.** Rio de Janeiro, 2007. 120p. Doctoral Thesis – Department of Materials Science and Metallurgy, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro.

The isothermal decomposition processes of dilute Cu-Co bulk alloys have been investigated by means of analytical transmission electron microscopy. The precipitation of ferromagnetic Co particles in non-magnetic Cu matrix after aging treatments was revealed by a variety of electron-microscopy techniques: TEM diffraction contrast, high resolution electron microscopy, annular dark field STEM, energy filtered imaging and electron holography. Homogeneous spherical particles ranging from 10 to 40 nm in diameter were consistently observed from the early stages of precipitation. Precipitates grow monotonic upon aging, the lattice misfit energy between Co particles and Cu matrix increases significantly, which can further result in coherency loss of the precipitate/matrix. The precipitation of homogeneous incoherent particles was a result of double aging treatment, forming well developed and faceted crystals. In the heterogeneous decomposition mode, the kinetics of discontinuous precipitation colonies consisting of regularly-spaced rod-like particles aligned perpendicular to the grain boundary reaction front was studied. Upon further growth, these rods break down into chains of aligned particles. Intergranular diffusion models of lamellar discontinuous precipitation were found to be inadequate to apply in this alloy system. However, calculated grain boundary diffusivity indicated values two orders of magnitude higher than lattice diffusivity in this system. Magnetic measurements indicate a phase transformation from super paramagnetic to ferromagnetic, and the temperature of this transformation increases with the alloy Co composition.

## Keywords

Cu-Co alloys; nanoparticles; precipitation; transmission electron microscopy

## Sumário

<b>1. Introdução .....</b>	<b>18</b>
<b>2. Revisão Bibliográfica.....</b>	<b>20</b>
<b>2.1. Precipitação Homogênea.....</b>	<b>20</b>
2.1.1. Variação da energia livre associada com a formação do núcleo.....	21
2.1.2. O papel das interfaces na nucleação no estado sólido.....	24
2.1.3. Anisotropia da energia superficial e teorema Gibbs-Wulff .....	29
<b>2.2. Precipitação Heterogênea .....</b>	<b>32</b>
2.2.1. O fenômeno da precipitação descontínua .....	32
2.2.2. Mecanismos de iniciação e crescimento da precipitação descontínua .....	35
2.2.3. Modelos cinéticos para precipitação descontínua.....	38
<b>2.3. Comportamento Magnético.....</b>	<b>42</b>
2.3.1. O sistema Cu-Co .....	43
<b>2.4. Microscopia Eletrônica de Transmissão .....</b>	<b>46</b>
2.4.1. Fundamentos do MET .....	46
2.4.2. Microanálise no MET/STEM.....	53
2.4.3. Holografia de elétrons.....	56
<b>3. Procedimento Experimental .....</b>	<b>59</b>
<b>3.1. Material Utilizado .....</b>	<b>59</b>
<b>3.2. Tratamentos Térmicos.....</b>	<b>60</b>
<b>3.3. Ensaio Magnéticos .....</b>	<b>62</b>
<b>3.4. Ensaio de Microdureza.....</b>	<b>62</b>
<b>3.5. Análise Metalográfica no MO e MEV .....</b>	<b>63</b>
<b>3.6. Preparação de amostras para Microscopia Eletrônica de Trasmissão.....</b>	<b>63</b>
<b>3.7. Estudos por MO/MET.....</b>	<b>65</b>
<b>3.8. Estudos por MET.....</b>	<b>65</b>
<b>4. Resultados e Discussão .....</b>	<b>67</b>
<b>4.1. Aspectos Estruturais /Morfológicos .....</b>	<b>67</b>

4.1.1. Estrutura policristalina da solução sólida .....	67
4.1.2. Precipitação homogênea.....	68
4.1.3. Precipitação heterogênea.....	81
4.2. Microanálise .....	91
4.3. Aspectos termodinâmicos e cinéticos da precipitação descontínua.....	101
4.4. Holografia de elétrons.....	103
4.5. Propriedades magnéticas .....	106
4.6. Caracterização da liga Cu-Co produzida por rota química.....	109
5. Conclusões .....	114
6. Sugestões para Trabalhos Futuros.....	116
7. Referências Bibliográficas .....	117



## Lista de Figuras

Figura 2.1 – Variação da energia livre durante precipitação. A força motriz para nucleação dos primeiros precipitados é $\Delta G_n = \Delta G_v V_m$ . $\Delta G_o$ é o decréscimo total em energia livre quando a precipitação é completa e o equilíbrio é alcançado.....	21
Figura 2.2 – Gráfico da energia livre em função do raio do precipitado.....	23
Figura 2.3 – Gráfico da energia livre em função da temperatura .....	24
Figura 2.4 – O desajuste da rede em duas direções ( $\delta_1$ e $\delta_2$ ) pode ser acomodado por discordâncias com espaçamento $D_1 = b_1/\delta_1$ e $D_2 = b_2/\delta_2$ .....	26
Figura 2.5 – Tipos de interfaces: a) coerente b) semicoerente e c) incoerente.....	28
Figura 2.6 – Possíveis morfologias para precipitados no contorno de grão: interfaces incoerentes curvadas suavemente e interfaces coerentes e semicoerentes planares .....	28
Figura 2.7 – O modelo de ligações quebradas para energia superficial .....	29
Figura 2.8 – Variação da energia superficial em função do ângulo $\theta$ da Fig. 2.7.....	30
Figura 2.9 – (a) Uma possível seção $(1\bar{1}0)$ a partir do gráfico $\gamma$ de um cristal CFC. O comprimento AO representa a energia livre do plano superficial cuja normal é horizontal a direção AO. Assim $OB = \gamma_{(001)}$ , $OC = \gamma_{(111)}$ , etc. (b) a morfologia de equilíbrio em três dimensões mostrando $\{100\}$ (faces quadradas) e $\{111\}$ (faces hexagonais).....	31
Figura 2.10 – Parte de um diagrama de fases genérico, apresentando a transição sofrida durante a precipitação descontínua, indo da região monofásica $\alpha_o$ para a bifásica $\alpha + \beta$ .....	33
Figura 2.11 – Esquema dos tipos de morfologias desenvolvidas na precipitação descontínua: (a) lamelar e (b) bastonetes. O vetor $v$ indica a direção e o sentido da velocidade de crescimento.....	33
Figura 2.12 – Perfil de concentração de soluto à frente da interface entre a região transformada (à esquerda da linha vertical) e a não transformada (à direita da linha): (a) reação controlada por difusão via contorno de grão (interfacial); e (b) reação controlada por difusão pela rede (volumétrica).....	34

Figura 2.13 – Mecanismo de Tu e Turnbull [24] para a iniciação da precipitação descontínua a partir de um contorno de grão inicialmente ocupado.....	36
Figura 2.14 – Mecanismo de Fournelle e Clark [25] para a precipitação descontínua a partir de um contorno de grão inicialmente não ocupado.....	36
Figura 2.15 – Mecanismo de Solórzano e Lopez [26] para a iniciação da precipitação descontínua a partir de um contorno de grão inicialmente não ocupado.....	37
Figura 2.16 – Diagrama de fases Cu-Co.....	43
Figura 2.17 – Mecanismo de contraste massa-espessura em uma imagem campo claro. As áreas mais espessas ou de maior massa (mais escuras) irão espalhar mais elétrons fora do eixo do que as regiões menos espessas ou de menor massa (mais claras) .....	47
Figura 2.18 – Esquema geral apresentado duas operações básicas do sistema de imagem do MET envolvendo: (a) a projeção da figura de difração na tela; e (b) projeção da imagem na tela .....	48
Figura 2.19 – Comparação do uso de uma abertura objetiva no MET para selecionar: (a) elétrons transmitidos ou (b) elétrons difratados formando uma imagem em campo claro e campo escuro respectivamente. No modo METV utiliza-se: (c) um detector de eixo ou (d) um detector anular para executar operações equivalentes as descritas para MET .....	51
Figura 2.20 – O contraste de fase é causado pelo padrão de interferência após o espalhamento incoerente dos elétrons.....	52
Figura 2.21 – Padrão de interferência mostrando os diferentes tipos de franjas moiré. Note que o espaçamento pode ser calculado mesmo sem que as posições atômicas sejam resolvidas na imagem: (a) translacional, (b) rotacional e (c) mista.....	53
Figura 2.22 – Interface EDS/MET mostrando a detecção de raios-X desejáveis (interação feixe-amostra) e indesejáveis (provenientes de regiões do microscópio).....	55
Figura 2.23 – Caminhos da radiação por um prisma magnético apresentando a ação das lentes focalizadoras num plano normal ao espectrômetro .....	56
Figura 2.24 – Ilustração esquemática da configuração do microscópio para holografia “off-axis”. Uma fonte de emissão de campo produz um feixe de elétrons	

coerente incidente na amostra. Biprisma eletrostático abaixo da amostra causa sobreposição da onda do vácuo (referência) sobre a onda do objeto. Direita: fotografia do microscópio eletrônico Philips CM-200 equipado com fonte de emissão de campo, minilentes Lorentz abaixo da lente objetiva possibilitando observação de amostras magnéticas em campo livre, um biprisma eletrostático e uma camera CCD para gravação dos hologramas.....	58
Figura 3.1 – Pastilhas Cu-Co após tratamento de solubilização e envelhecimento.....	60
Figura 3.2 - Esquema do tratamento de solubilização + têmpera + envelhecimento.....	62
Figura 4.1 – Micrografia ótica (DIC) da liga Cu-2,9%Co solubilizada a 1000°C.....	68
Figura 4.2 – Micrografia ótica (DIC) da liga Cu-2,9%Co laminada (80% em relação a espessura) e re-solubilizada a 1000°C.....	68
Figura 4.3 – Imagem em MEV de elétrons retroespalhados da estrutura policristalina na liga Cu-1%Co solubilizada e envelhecida a 500°C durante 10 minutos.....	69
Figura 4.4 – Imagem em elétrons secundários da microestrutura na liga Cu-3,9%Co, envelhecida a 500°C durante 10 minutos apresentando efeitos superficiais.....	69
Figura 4.5 – Micrografia MET de precipitados coerentes em uma liga Cu-2,9%Co envelhecida a 500°C por 5 minutos e correspondente figura de difração apresentando um conjunto simples de reflexões.....	70
Figura 4.6 – Micrografias de MET em campo escuro de precipitados coerentes em uma liga Cu-2,9%Co envelhecida a 650°C durante 30 minutos: (a) orientação dos precipitados ao longo de um contorno de dobramento; e (b) abundante precipitação homogênea de pequenas partículas esféricas com contraste de deformação.....	71
Figura 4.7 – (a) Imagem em campo claro de partículas coerentes apresentando contraste de deformação em uma amostra Cu-3,9%Co envelhecida por 30 minutos a 500°C; e (b) esquema da deformação dos planos de uma partícula esférica apresentando linha de não contraste.....	72
Figura 4.8 – Microdureza Vickers x composição da liga (% Co) para amostras envelhecidas a 500°C durante 30 minutos.....	73

Figura 4.9 – Micrografia em campo escuro da liga 3,9%Co envelhecida por 5 minutos a 700°C apresentando precipitação homogênea de partículas coerentes e semicoerentes. As partículas semicoerentes estão em destaque. Figura de difração ao longo do eixo de zona [110] inserida.....	74
Figura 4.10 – Imagens de MET em campo escuro, evidenciando as partículas semicoerentes onde o desajuste é acomodado: (a) pela matriz; e (b) por discordâncias interfaciais.....	74
Figura 4.11 – Diâmetros das partículas coerentes calculados para diferentes temperaturas e tempos de envelhecimento na precipitação homogênea da liga Cu-3,9%Co.....	75
Figura 4.12 – (a) Diagrama de fases do sistema Cu-Co; (b) representação esquemática da linha solvus apresentando diferentes limites de solubilidade para a liga 1%Co e 2,9%Co; e (c) representação esquemática dos tratamentos térmicos: (1) 900°C: formação dos precipitados de equilíbrio, e (2) a 500°C: crescimento dos precipitados.....	77
Figura 4.13 – Par campo claro/ campo escuro em MET do produto de precipitação da liga Cu-2,9%Co desenvolvido a partir de dois estágios de envelhecimento: 900°C durante 1 hora seguido de outro tratamento a 500°C durante 30 minutos.....	78
Figura 4.14 – Par campo claro/ campo escuro em MET do produto de precipitação da liga Cu-1,7%Co desenvolvido a partir de dois estágios de envelhecimento: 900°C durante 1 hora seguido de outro tratamento a 500°C durante 10 minutos.....	78
Figura 4.15 – Par campo claro/ campo escuro em MET apresentando o produto de precipitação homogênea da liga Cu-2,9%Co: partículas facetadas e pequenos precipitados coerentes desenvolvidos após dois estágios de envelhecimento: 900°C durante 30 minutos seguido de 600°C por 10 minutos.....	79
Figura 4.16 – Par de imagens campo claro/ campo escuro em MET mostrando uma partícula incoerente com as extremidades arredondadas e circundada por pequenos precipitados coerentes na liga Cu-2,9%Co.....	80
Figura 4.17 – Imagem de MET de alta resolução por contraste de fase revelando uma estrutura não homogênea após envelhecimento a 900°C durante 30 minutos em uma liga Cu-2,9%Co.....	81

Figura 4.18 – (a) Imagem no microscópio ótico da liga Cu-2,9%Co envelhecida a 500°C por 5 minutos onde é observada a formação de colônias de precipitação descontínua em alguns contornos de grão e; (b) detalhe da migração do contorno de grão. ....	82
Figura 4.19 – Imagem em MO da precipitação descontínua na liga Cu-2,9%Co envelhecida a 500°C por 10 minutos.....	83
Figura 4.20 – Micrografia MEV apresentando produtos de precipitação descontínua na liga Cu-3,9%Co envelhecida a 500°C durante 30 minutos. O $\upsilon$ indica a direção de crescimento da colônia de precipitação descontínua.....	84
Figura 4.21 – Imagens FIB da liga Cu-3,9%Co envelhecida a 500°C durante 5 minutos apresentado o desenvolvimento de uma colônia de precipitação descontínua no contorno de grão. Diferentes ângulos de inclinação foram utilizados para a formação da imagem: (a) 10° graus e (b) 52° graus.....	85
Figura 4.22 – Imagem MET em campo claro: (a) Precipitação descontínua na liga Cu-3,9%Co envelhecida a 700°C durante 5 minutos onde é observada a formação de partículas com morfologia de bastonete; e (b) detalhe das partículas precipitadas.....	86
Figura 4.23 – (a) Micrografia em campo escuro de uma liga Cu-2,9%Co envelhecida a 700°C durante 30 minutos mostrando os modos de decomposição heterogênea (contínuo e descontínuo); (b) campo claro. Figura de difração de área selecionada: (c) matriz e (d) produto da precipitação descontínua; (e) imagem em campo escuro a partir de um vetor de difração originado da matriz.....	87
Figura 4.24 – Imagem de TEM (a) campo claro/ (b) campo escuro apresentando produto de precipitação descontínua em uma liga Cu-2,9%Co após envelhecimento a 650°C durante 5 minutos; e imagem de TEM (c) campo claro/ (d) campo escuro, com uma reflexão do precipitado, evidenciando a morfologia de precipitação descontínua.....	89
Figura 4.25 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro apresentando o processo de perda de estabilidade do produto de precipitação descontínua em uma liga Cu-2,9%Co envelhecida a 650°C durante 5 minutos; e (c) representação esquemática do processo de esferoidização.....	90
Figura 4.26 – Imagens do processo de “esferoidização” do produto de precipitação	

descontínua: (a) Liga Cu-3,9%Co envelhecida a 700°C durante 30 minutos; e (b) liga Cu-3,9%Co envelhecida a 650°C durante 5 minutos.....	91
Figura 4.27 – Imagem STEM (campo escuro anular) de precipitados coerente na matriz de Cu; e (b) perfil composicional EELS ao longo da linha no precipitado estabelecendo sua composição rica em Co.....	92
Figura 4.28 – Imagem em campo escuro anular de uma liga Cu-3,9%Co envelhecida durante 30 minutos a 500°C; e (b) perfil EDS ao longo de uma partícula (microanálise ponto a ponto).....	93
Figura 4.29 – Imagem em campo escuro anular de uma liga Cu-3,9%Co envelhecida durante 10 minutos a 500°C; e (b) perfil EDS ao longo de uma partícula.....	93
Figura 4.30 – (a) Imagem de MET em campo claro; e (b) mapeamento elementar de Co das partículas coerentes. Liga Cu-3,9%Co envelhecida a 700°C durante 30 minutos.....	94
Figura 4.31 – (a) Imagem de STEM (campo escuro anular); e (b) mapeamento elementar de Co das partículas coerentes. Liga Cu-3,9%Co envelhecida a 500°C durante 30 minutos.....	95
Figura 4.32 – Precipitados incoerentes na liga Cu-3,9%Co submetida a duplo envelhecimento: (a) campo escuro anular com o feixe de elétron focalizado na partícula; (b) mesma imagem, feixe de elétrons focalizado na matriz; (c) espectro EDS do precipitado; e (d) espectro EDS da matriz.....	96
Figura 4.33 – Imagem METV campo claro e mapas de composição de uma partícula precipitada na liga Cu-2,9%Co envelhecida a 500°C durante 10 minutos. A presença de O é observada principalmente nos precipitados facetados de Co.....	97
Figura 4.34 – Imagem METV campo claro e mapas de composição da liga Cu-2,9%Co envelhecida a 500°C durante 30 minutos.....	98
Figura 4.35 – Microestrutura da precipitação descontínua na liga Cu-3,9%Co envelhecida a 500°C durante 5 minutos e preparada por FIB: (a) imagem MET em campo claro, baixo aumento; (b) espectro EELS apresentando pico característico de Co; (c) detalhe da precipitação descontínua; e (d) mapeamento elementar de Co.....	99
Figura 4.36 – (a) Imagem em campo claro da liga Cu-3,9%Co envelhecida a 700°C	

durante 10 minutos; e (b) mapeamento elementar para o produto de precipitação descontínua apresentando o processo de quebra dos bastonetes.....	100
Figura 4.37 – (a) Holograma experimental de uma partícula de Co apresentando contraste de deformação. Amostra envelhecida a 500°C durante 10 minutos; e (b) informação da fase recuperada usando o método de transformada de Fourier.....	104
Figura 4.38 – (a) Holograma experimental de partículas de Co na matriz de Cu. Amostra envelhecida a 500°C durante 10 minutos; e (b) informação da fase recuperada pelo método de Fourier usando o sistema de cores para representação....	104
Figura 4.39 – (a) Imagem em campo claro; (b) holograma experimental de uma partícula de Co na amostra envelhecida a 500°C durante 10 minutos; (c) informação da fase recuperada usando o método de transformada de Fourier e (d) representação da imagem anterior com cores.....	105
Figura 4.40 – Magnetização x campo externo a temperatura ambiente (300K) e resfriada (5K) das ligas Cu-1%Co; Cu-1,7%Co e Cu-2,9%Co.....	107
Figura 4.41 – Curvas de magnetização x temperatura (K) para campo magnético aplicado de 2000Oe (FC) e sem a aplicação de um campo magnético (ZFC) para as ligas Cu-1%Co; Cu-1,7%Co e Cu-2,9%Co.....	108
Figura 4.42 – Par de imagens campo claro/ campo escuro em MET apresentando domínios em uma liga Cu-2,9%Co. Figura de difração de área selecionada inserida.	108
Figura 4.43 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro em MET da microestrutura formada após síntese da liga Cu-2%Co apresentando aglomeração de pequenas partículas e correspondente figura de difração.....	109
Figura 4.44 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro em MET de algumas partículas onde é possível observar a nanoestrutura formada com franjas de Moiré.....	110
Figura 4.45 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro da amostra solubilizada onde é observada a formação de pequenos cristais e correspondente figura de difração.....	110
Figura 4.46 – Par de micrografias campo claro/ campo escuro apresentando o desenvolvimento de cristais de Cu-Co com interfaces bem definidas.....	111
Figura 4.47 – (a) Micrografia em campo claro da amostra envelhecida apresentando precipitação homogênea (indicado pela seta); e (b) imagem em campo escuro	

evidenciando a estrutura de partícula arredondada.....	111
Figura 4.48 – Imagem METV campo claro/ campo escuro e mapas de composição da interface na liga nanoestruturada Cu-2%Co envelhecida a 500°C durante 30 minutos.....	112



## Lista de Tabelas

Tabela 3.1 – Tratamentos térmicos utilizados no estudo das ligas Cu-Co.....	61
Tabela 4.2 – Valores calculados de S (espaçamento entre bastonetes), v (velocidade de crescimento), d (deslocamento do contorno de grão) e D (difusividade intergranular).....	102