

DEVELOPMENT OF PHASE IDENTIFICATION BY OPTICAL METALLOGRAPHY WITH NANOINDENTATION IN SHAPE MEMORY STAINLESS ALLOYS

Juliana Cristina Bueno¹, Fabiana Cristina Nascimento¹, Jorge Otubo²,
Carlos Maurício Lepienski³ and Paulo Roberto Mei¹

¹ UNICAMP - Universidade Estadual de Campinas, SP, BRASIL, pmei@fem.unicamp.br

² ITA – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, SP, BRASIL.

³ UFPR – Universidade Federal do Paraná, PR, BRASIL.

Abstract

In this work a Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co shape memory stainless alloy was studied and the main objectives were to optimize the technique of coloration by chemical attack (color etching) for phase identification, allowing the determination of the ϵ -martensite and the γ -austenite hardness by nanoindentation. The development of this process also allowed the quantification of the ϵ and γ phases by optical microscopy. The technique of coloration by chemical attack consists in the use of specific reagents to identify phases by color using optical microscopy. The nanoindentation technique was chosen to measure the mechanical properties near the surface and with high resolution. The hardness obtained by nanoindentation was 7.0 GPa for ϵ -martensite and 3.0 GPa for austenite. The ϵ -martensite volumetric fraction, measured by optical microscopy, varied from 33 to 40 % for samples in the deformed state. For samples with the same grain size and training cycle, the results of ϵ -martensite volumetric fraction measured by optical microscopy were coherent with those obtained in a previous work for the same alloy using X-ray diffraction.

Key words: stainless alloys, shape memory effect, color etching, nanoindentation.

1 - Introduction

The shape memory alloys (SMA) present the capacity to come back to the original form, after plastic deformation, by heating above of A_F (temperature of end of the transformation of the martensite in austenite) (Funakubo, 1987). Some examples of materials that can present the shape memory effect (SME) are: Cu-based alloys; Fe-based alloys, ceramic, NiTi alloys and polymers (Saadat, 2002).

The SME in the Fe-Mn-Si alloys is related to the transformation of the austenite (γ), of the body centered cubic structure, in martensite (ϵ), of the hexagonal compact structure, and the posterior reversion of this process. The $\epsilon(\text{hcp}) \rightarrow \alpha(\text{bcc})$ reversion occurs by heating and it recovers the memorized shape (Otubo, 1996; Jost, 1999; Liu, 2000).

The identification of the phases on structure is basic for a study more complete of the $\gamma \rightarrow \epsilon$ transformation on SMAs. Therefore the microstructure analysis is very important and can be realized by optical microscopy or scanning electron microscopy. However, the success in optical analysis depends of the metallographic quality.

The analysis of the martensite morphology in function of factors as chemical composition, number of training cycles and microstructural refinement is very important because they influence strongly the shape recovery properties (Nascimento, 2002; Meng, 2001). Further, with the analysis of different phases, others factors can be explored, such as: mechanical properties and SME.

The present work, gives continuity to the studies initiated in 1998 with the Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co alloy with SME (Nascimento, 2002), and has as main objectives: to quantify the phases for each grain size (GS) and cycle of training by the development of a specific etching for the used alloy and for each condition.

In one second stage the hardness of ϵ -martensite, for each condition, will be determined by the nanoindentation technique (Buono, 2002), when will be verified, also, the hypothesis of that ϵ -martensite precipitates in the grain boundary (Nascimento, 2002; Meng, 2001).

2 – Experimental details

2.1 - Alloy and samples

The alloy was melted in a vacuum induction furnace and the chemical composition is showed in Table 1.

Table 1 – Chemical composition (wt %)

Si	Mn	P	S	Co	Cr	Ni	Mo	Cu	O ₂ *
5,25	8,26	0,002	0,006	11,84	12,81	5,81	0,001	0,16	50

* percentage in ppm

The alloy was thermomechanical processed to obtain 8 mm diameter bar. Samples were annealed at 1050°C during 10 minutes, 1 hour and 8 hours to produce different austenitic grain sizes, measured with ASTM E112-96 Standard (Table 2).

Table 2 - Grain diameter after annealing at 1050°C

Annealing time at 1050°C (min)	10	60	480
AGS- Average Grain Size (μm)	123 +/- 24	151 +/- 30	197 +/- 40

Afterwards, the samples were submitted to 1, 3 or 6 training cycles. Each complete cycle corresponds to 4% of deformation by compression test (ASTM E 9-89a Standard, with speed of 0.075 mm/min. and strain rate of $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) followed by heating at 600°C during 30 minutes, and them cooling to room temperature. For each cycle, half of the specimen was kept in the deformed state and the other half was recovered. The training cycle is showed in Figure 1.

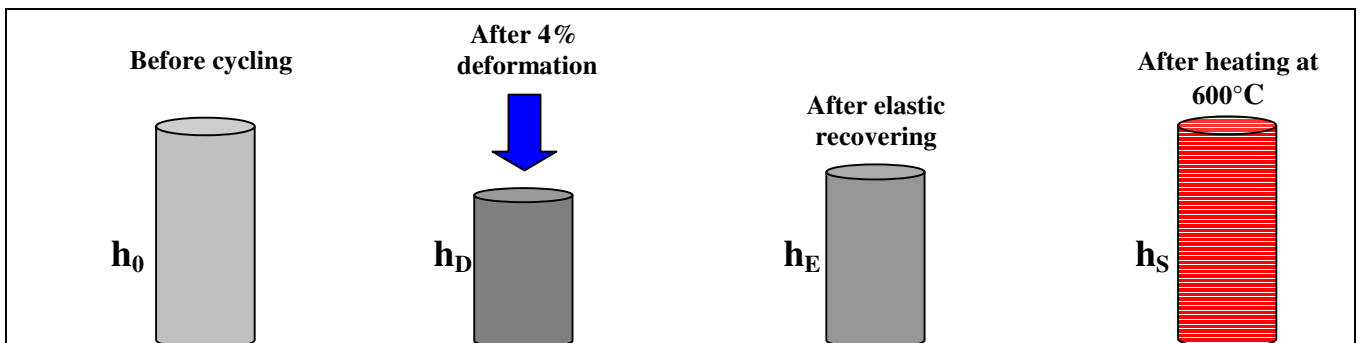


Figure 1 – Training cycle.

The elastic recovering (R_E) is: $R_E = h_E - h_D$ (in mm) or $R_E = (h_E - h_D).100/\Delta h$ (in %)

The shape recovering (R_S) is: $R_S = h_S - h_E$ (in mm) or $R_S = (h_S - h_E).100/\Delta h$ (in %)

The total recovering (R_T) is: $R_T = R_E + R_S = (h_E - h_D) + (h_S - h_E) = h_S - h_D$ (in mm)
or $R_T = (h_S - h_D).100/\Delta h$ (in %) , where $\Delta h = h_0 - h_D$

2.2 - Metallographic preparation

Tests were carried out with $K_2S_2O_5 + NH_4HF_2$ reagent which, according to Bergeon (Bergeon, 1997), reveals the martensitic phase with a specific color (color etching).

The metallographic preparation is an essential stage in this work and is being accomplished based in the literature (Jang, 1995; Bergeon, 1997, 1998a-b; Beraha, 1977; Vander Voort, 1984, 1985) and in studies performed by Nascimento (Nascimento, 2002).

The tests with the reagent $K_2S_2O_5 + NH_4HF_2$ were performed varying and time of etching and the concentration of the reagent in distilled water.

2.3 Nanoindentation

The measurements were carried out in a Nanoindenter XP (MTS) available in the Dept of Physics at the Universidade Federal do Paraná, with load resolution of the 75nN ($5,1\mu g$), load rate between 1 and $7 \times 10^{10} \mu N/s$ and contact force of $1,0\mu N$. Each measurement used 8 loads: 0.3; 0.6; 1.3; 2.5; 5; 10; 20 and 40mN. The loads were applied during 15 seconds (Figure 2).

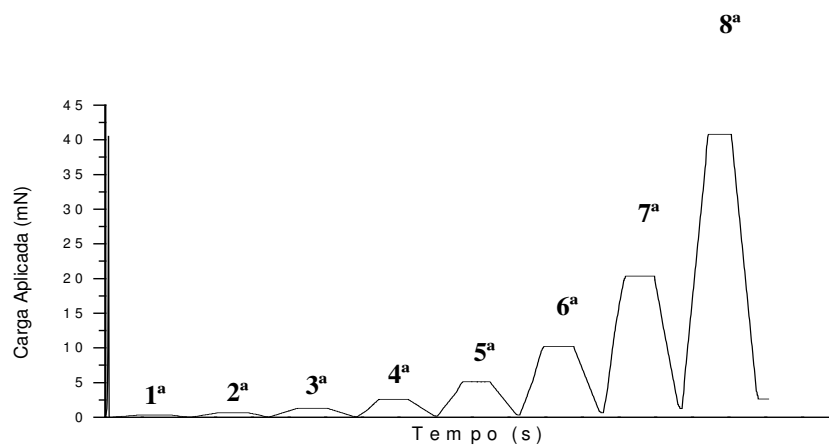


Figure 2 – Sequence of load and unloading for each measurement.

3. Results and discussion

Figure 3 shows heterogeneous grain size and the presence of twins for all samples.

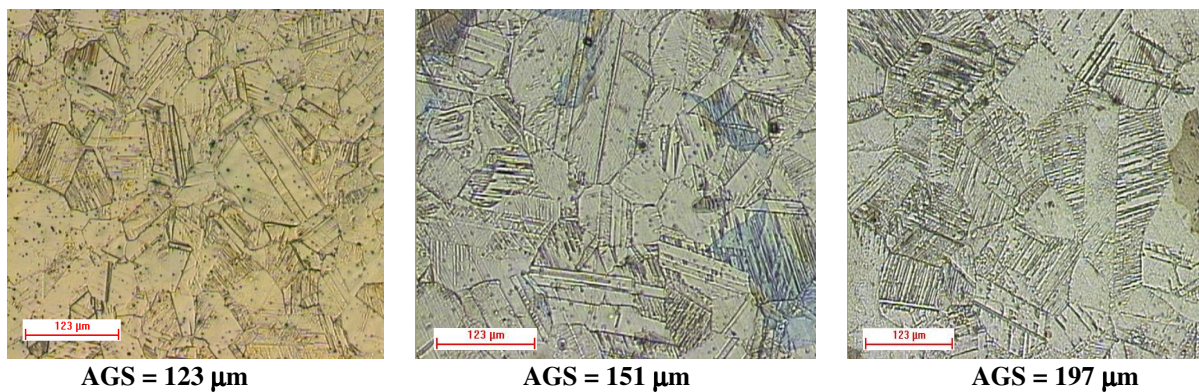


Figure 2 – Alloys microstructure after annealing at 1050°C for different periods of time. Samples before training. Etching: 2ml HCl + 2ml HNO₃ + 1ml glycerin.

Figure 3 shows the martensite plates (bright) inside the austenitic grain (dark phase). This characteristic was the same for training cycles.

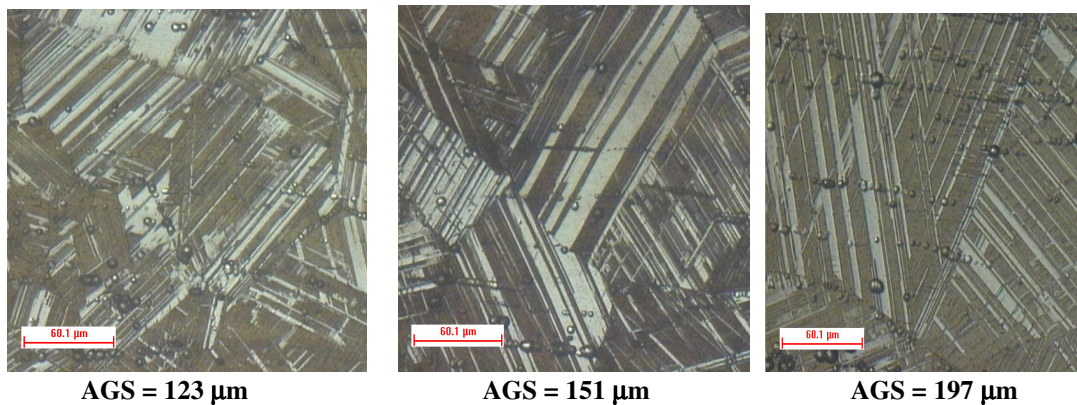
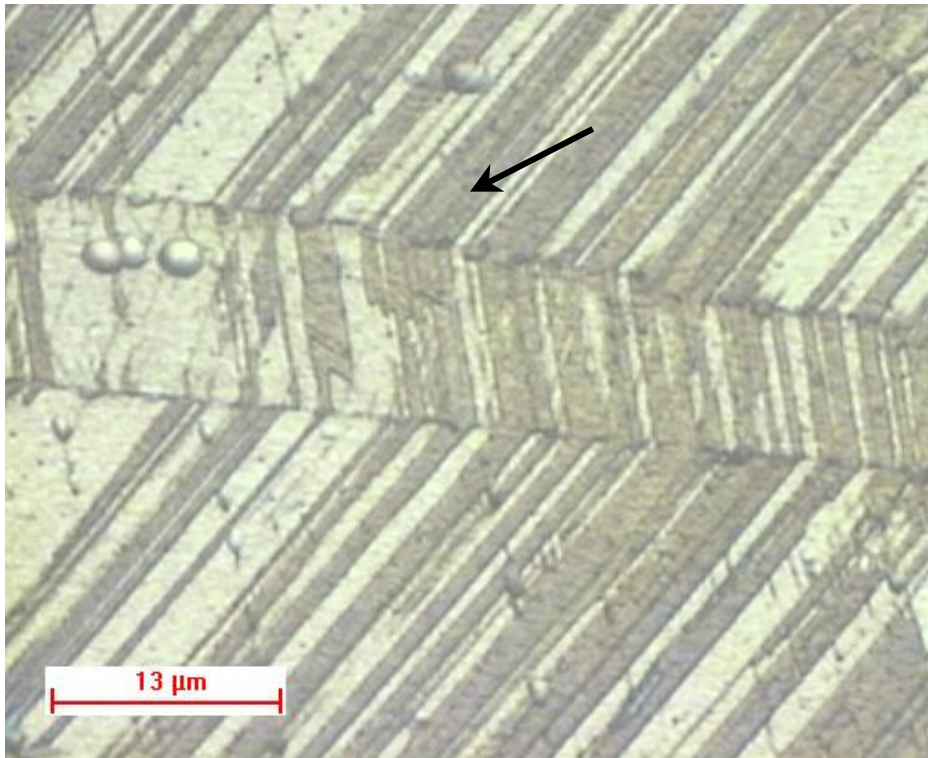


Figure 3 –Microstructure after one training cycle. Deformed state (before heating at 600°C). Etching: 1.2g K₂S₂O₅ + 0.8g NH₄HF₂ + 100ml H₂O.

Outra característica da microestrutura das amostras analisadas é a grande quantidade de maclas, característica de materiais com baixa energia de defeito de empilhamento (Fig. 4.3). Em ligas com EMF a baixa energia de defeito de empilhamento é essencial para o bom desempenho na recuperação de forma [OTUBO, 1996].

Além das características gerais citadas anteriormente, observou-se também a acomodação das variantes da martensita-ε ao cruzar com uma macla (Fig. 4.4). Isto ocorreu com maior frequência em amostras com maior TG.



TG=197 μm – 6ciclos – estado deformado

Figura 4.4 – Microscopia óptica mostrando a mudança de orientação da martensita- ϵ ao ‘atravessar’ uma macla.

Ataque: 1,2g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 0,8g NH_4HF_2 + 100ml H_2O

4.1 Recuperação de forma

Os resultados de recuperação de forma apresentados na figura 4.7 foram obtidos durante o processo de treinamento.

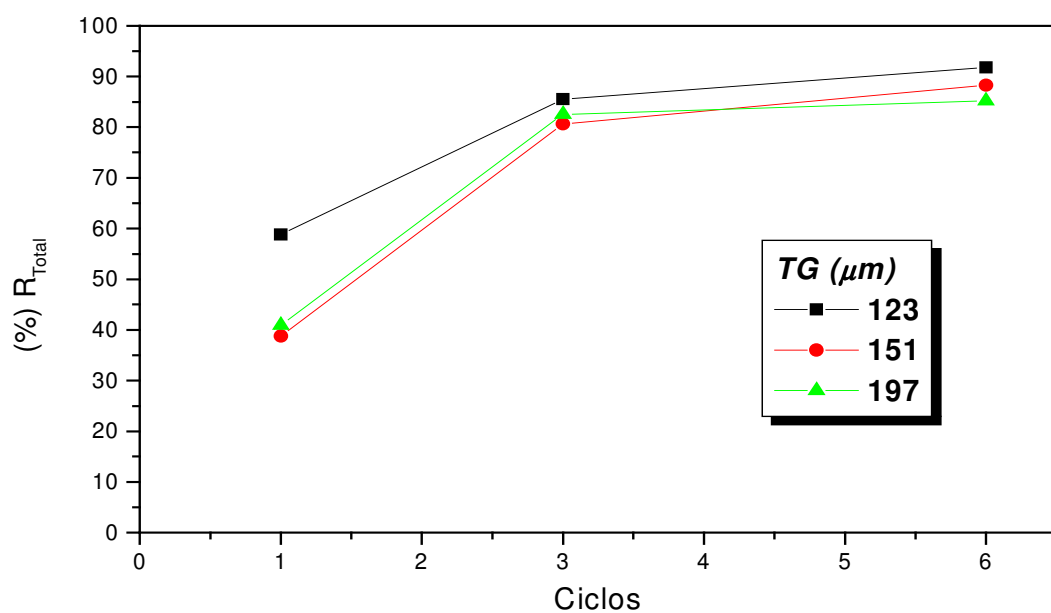


Figura 4.7.a – Recuperação total em função do tamanho de grão e ciclos de treinamento.

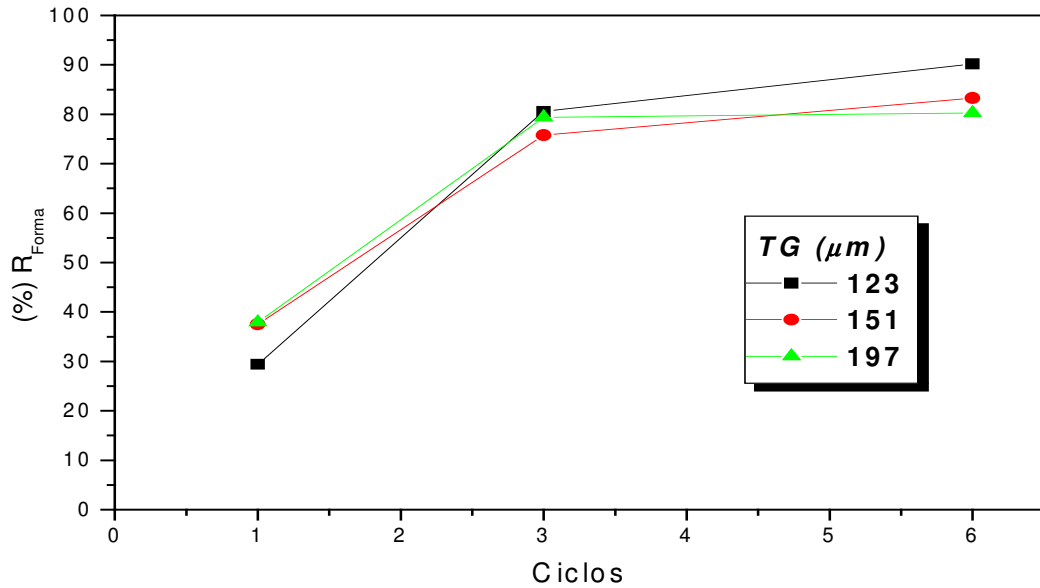


Figura 4.7.b – Recuperação de forma em função do tamanho de grão e ciclos de treinamento.

Confirmando resultados de estudos anteriores do grupo [OTUBO, 1996], [NASCIMENTO, 2002], a recuperação total e a recuperação de forma melhoram muito com o aumento da ciclagem térmica de 1 para 3 ciclos e depois mais lentamente com a elevação da ciclagem de 3 para 6 ciclos. A redução do tamanho médio de grão de 197 para 123 μm provocou uma discreta melhora na recuperação de forma e na recuperação total. O gráfico da figura 4.8 mostra a conformidade dos resultados anteriores com os resultados deste trabalho.

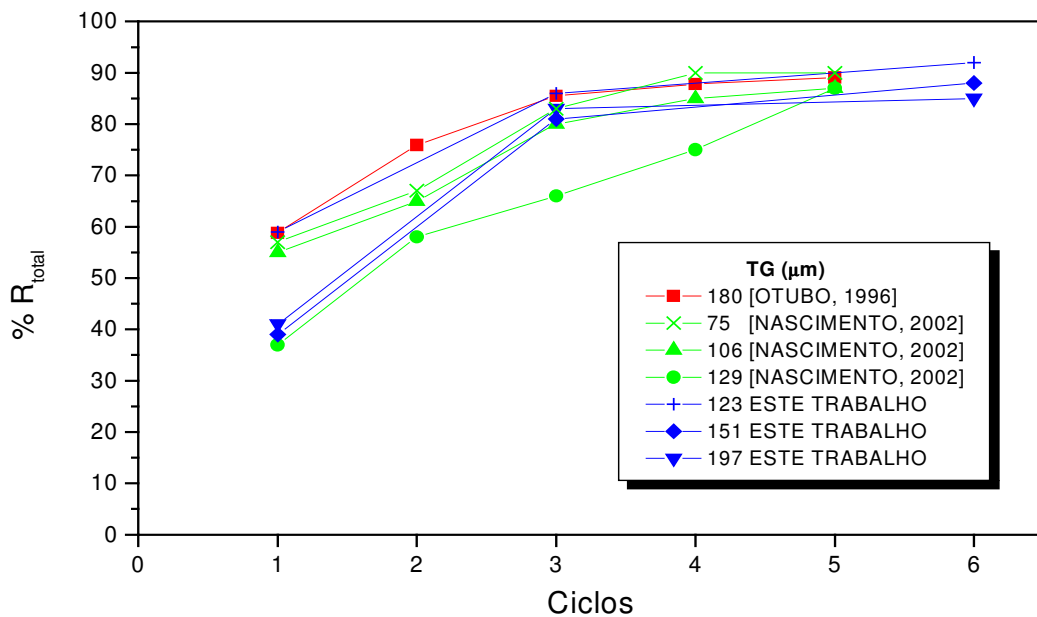


Figura 4.8 – Comparação de resultados de recuperação total para diferentes TG e ciclos de treinamento [OTUBO, 1996], [NASCIMENTO, 2002]

4.2 Otimização do processo de ataque químico para coloração (color etching)

Como o polimento mecânico induz martensita na amostra foi necessário utilizar o polimento eletrolítico após o polimento mecânico para retirar a martensita induzida devido ao polimento mecânico (Fig. 4.9).

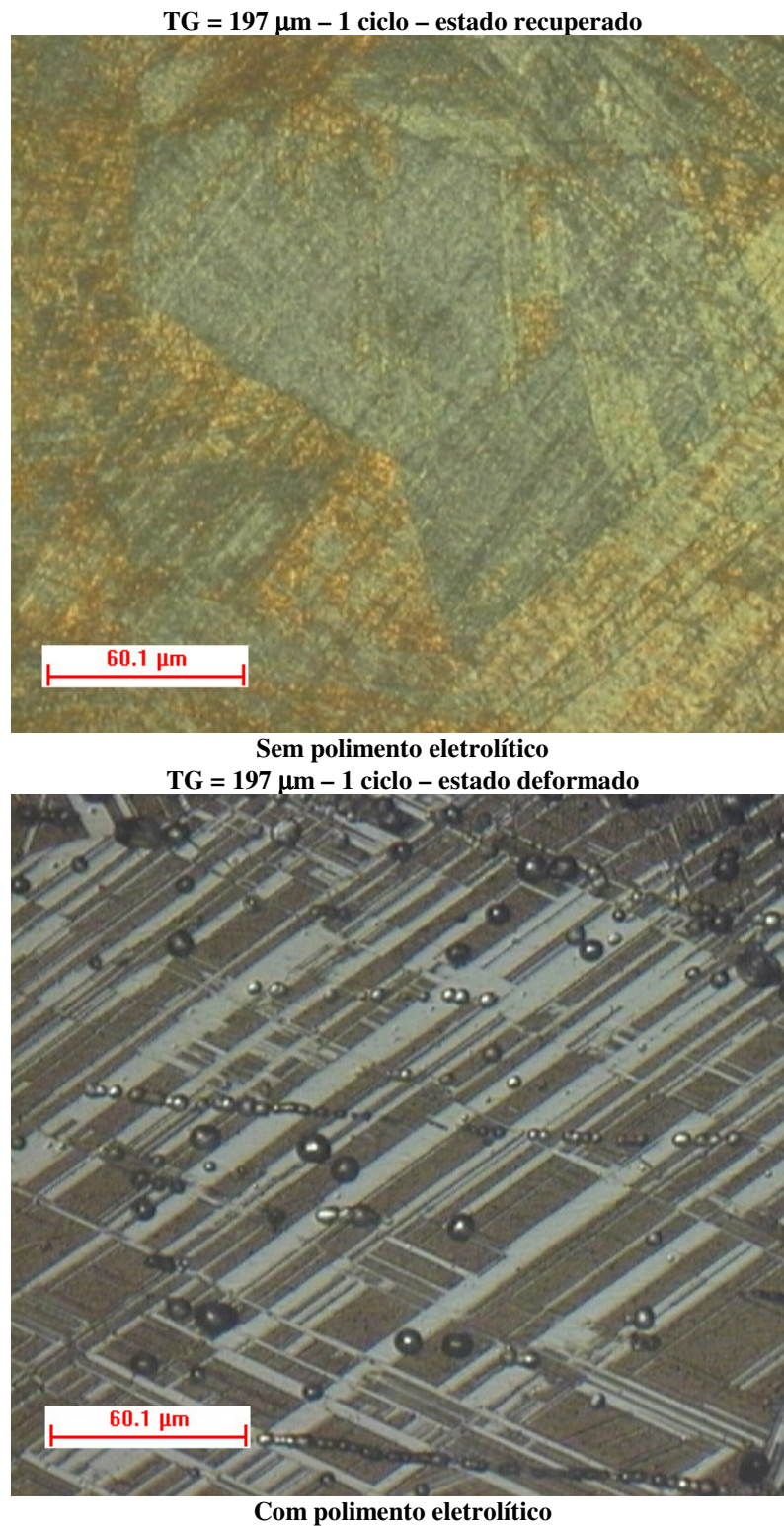


Figura 4.9- Amostras com polimento mecânico, sem posterior polimento eletrolítico e com posterior polimento eletrolítico. As bolhas que aparecem na foto inferior são devido a secagem incompleta da amostra.

Ataque: 1,2 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 0,8 g NH_4HF_2 + 100 ml H_2O

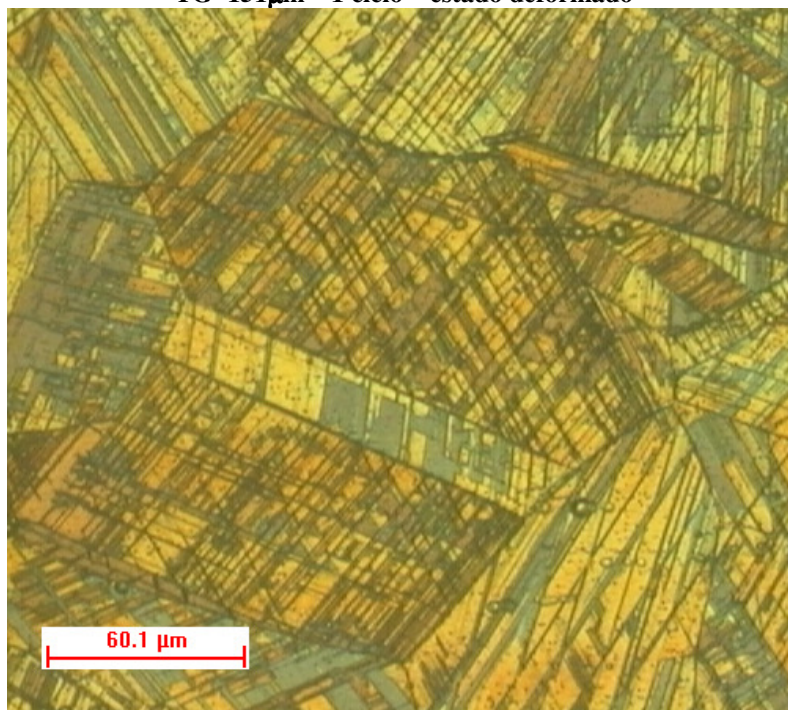
Os parâmetros otimizados para o polimento eletrolítico estão descritos na Tabela 4.1. Outro aspecto observado é que o polimento eletrolítico respondia melhor com o uso de soluções “novas” de ácido oxálico e assim toda vez que o polimento eletrolítico era aplicado preparava-se uma nova solução de ácido oxálico.

Tabela 4.1 – Parâmetros otimizados para o polimento eletrolítico

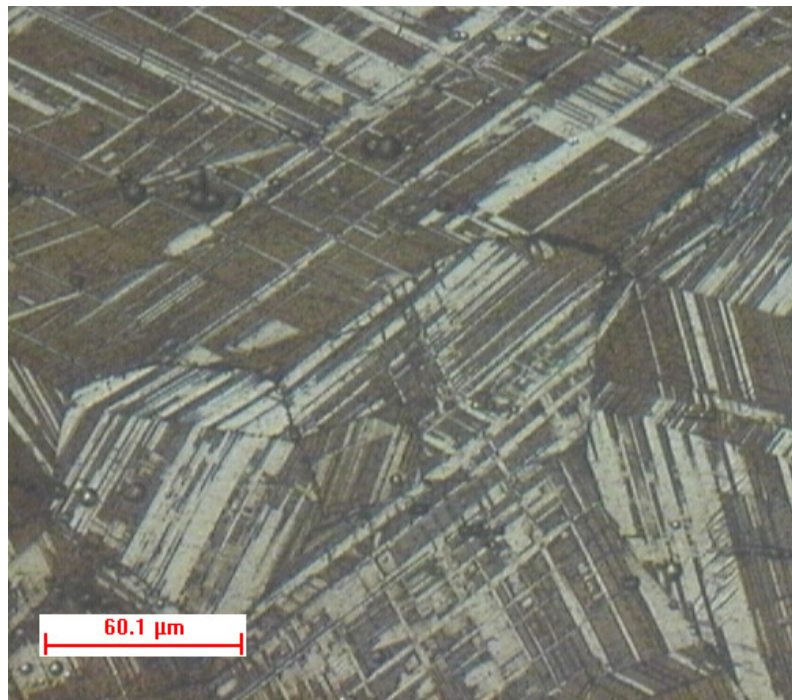
Reagente	Tensão (volts)	Tempo (minutos)
ácido oxálico 10%	15	2

O trabalho de otimização do *color etching* iniciou-se com testes de diferentes concentrações do reagente $K_2S_2O_5 + NH_4HF_2$ em água, com base na literatura [JANG, 1995], [BERGEON, 1997, 1998a-b], [NASCIMENTO, 2002]. O reagente que se mostrou mais adequado foi o de composição: 1,2g de $K_2S_2O_5 + 0,8g$ de $NH_4HF_2 + 100ml$ de água. Fixando-se esta composição, o próximo parâmetro analisado foi o tempo de ataque. Após repetições de bons resultados notou-se que, ao atingir o tempo ótimo de ataque, a superfície da amostra tornava-se amarelada. Neste ponto o ataque era interrompido. Em seguida a amostra era submetida a um enxágüe em água e seca por fluxo de ar, de maneira cuidadosa, para que não ocorresse acúmulo do reagente em algumas partes da superfície, causando manchas. Tais manchas comprometem a análise quantitativa da fração volumétrica as fases. A figura 4.10 mostra a diferença na qualidade final da imagem obtida por microscopia óptica para diferentes tempos de ataque. Nota-se que na figura 4.10.a ocorreu super-ataque devido ao longo tempo de imersão no reagente. A perfeita identificação das fases na figura 4.10.b ocorreu para um tempo de 20 segundos. A partir daí todos os ataques das amostras utilizadas nos ensaios de nanoindentação foram com solução de composição otimizada (1,2g de $K_2S_2O_5 + 0,8g$ de $NH_4HF_2 + 100ml$ de água) por um tempo otimizado (20 segundos), que serão referidos como *condição otimizada de ataque*.

TG=151 μ m – 1 ciclo – estado deformado



(a) t=60s



(b) $t=20s$

Figura 4.10 – Aparência da superfície após *color etching* para diferentes tempos de ataque.

Reagente: 1,2g de $K_2S_2O_5$ + 0,8g de NH_4HF_2 + 100ml de água

Apesar das amostras no estado deformado apresentarem maior quantidade de martensita- ϵ , a *condição otimizada de ataque* permitia obter bons resultados de imagem nas mesmas. A aplicação da *condição otimizada de ataque* também foi adequada para a observação das amostras utilizadas em todos os ciclos de treinamento. Conclui-se, então, que uma vez otimizados, tanto a concentração do reagente quanto o tempo de ataque são parâmetros que podem ser aplicados para amostras submetidas às diferentes condições de treinamento.

Por fim, foram realizados testes de durabilidade da qualidade da superfície submetida ao *color etching*. Em trabalhos anteriores do grupo e durante os primeiros testes com o reagente, notou-se que a superfície atacada ia se deteriorando com o passar do tempo, dificultando ou mesmo impossibilitando a observação das fases. Era necessário determinar a durabilidade do ataque químico, pois o mesmo era realizado na UNICAMP e a etapa posterior, o ensaio de nanoindentação, cuja confiabilidade depende totalmente da qualidade da superfície após o *color etching*, era realizada na Universidade Federal do Paraná. Chegou-se a conclusão de que a qualidade da superfície permanecia adequada até três dias após o ataque químico. Passado este tempo notava-se uma deterioração da superfície atacada comprometendo a análise por microscopia óptica.

4.3 Nanoindentação

Esta etapa iniciou-se com a calibração do nanoindentador (Fig. 4.11) e posterior escolha das regiões para realização das medidas. Na figura 4.11 observa-se a geometria da indentação com a ponta Berkovich, conforme exposto em capítulo anterior.

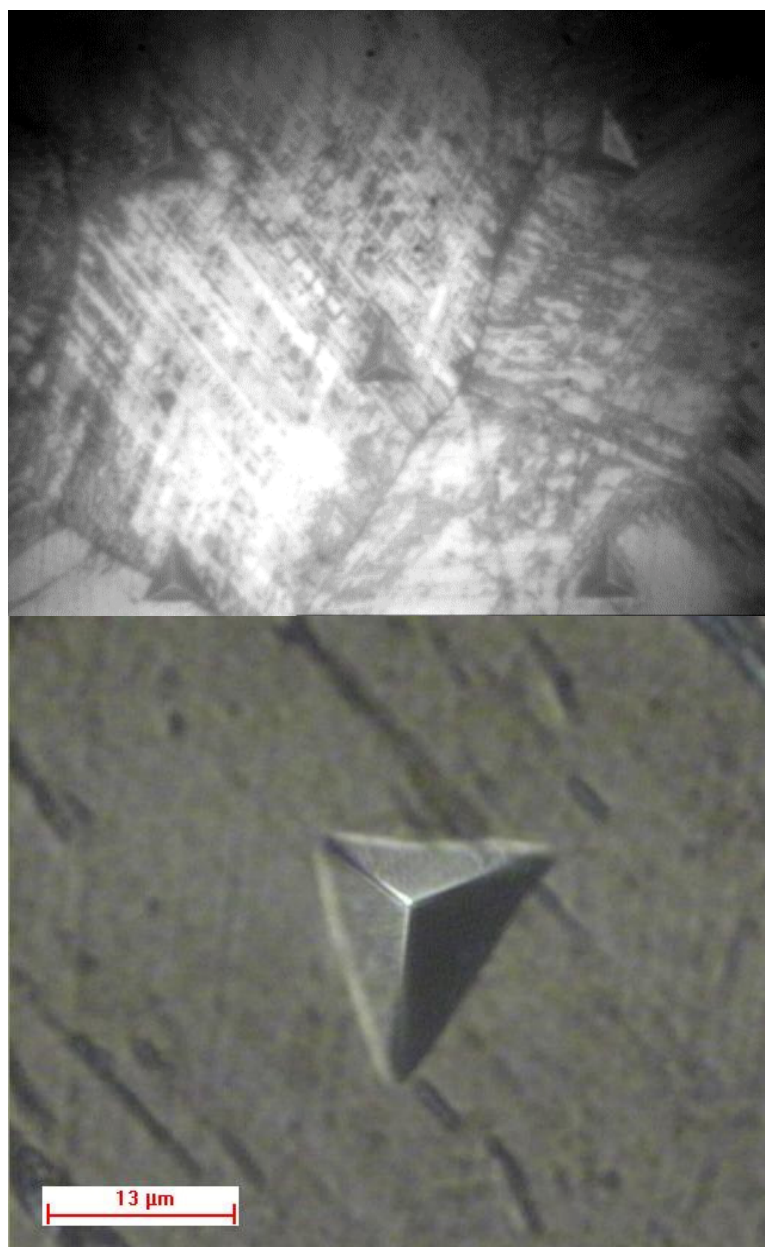


Figura 4.11 – Indentação realizada para a calibração do indentedor
Reagente: 1,2g de $K_2S_2O_5$ + 0,8g de NH_4HF_2 + 100ml de água

As indentações foram realizadas em diversas regiões escolhidas e programadas individualmente ou dispostas em matrizes regularmente, seguindo um padrão de linhas e colunas. Ao final do ensaio foi necessário um mapeamento com legenda de cada indentação pois, apesar da calibração, após alguns ensaios ocorre um desvio das posições pré-selecionadas dificultando a identificação a partir da posição original. A figura 4.12 mostra a disposição das indentações com a legenda de cada nanoindentação, o que permitiu a seleção precisa dos pontos e regiões cujas medidas apresentam total confiabilidade. A grande dificuldade encontrada neste procedimento devido ao desvio é a localização por imagem dos locais de ensaio, pois o sistema de vídeo e iluminação do equipamento fornecem imagens pouco nítidas, sendo necessário ajuste de intensidade de luz e de contraste. Além disso, o sistema de vídeo do nanoindentador fornece imagens em branco e preto o que exigiu uma ótima qualidade da superfície após o *color etching*, visto que as cores das fases passaram a ser cinza escuro e cinza claro.

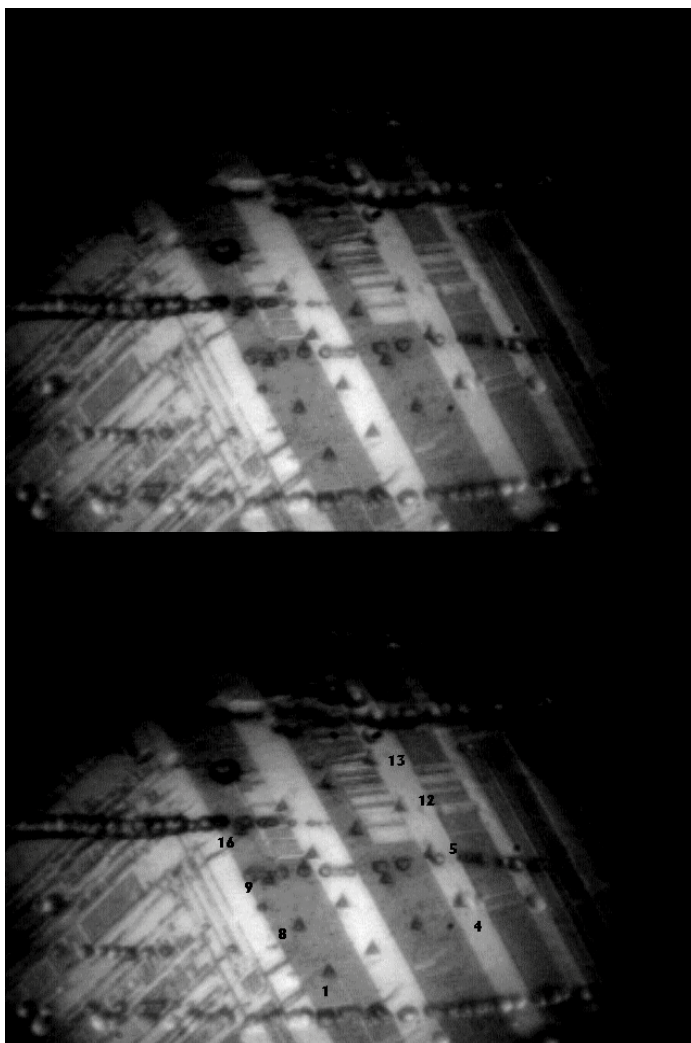
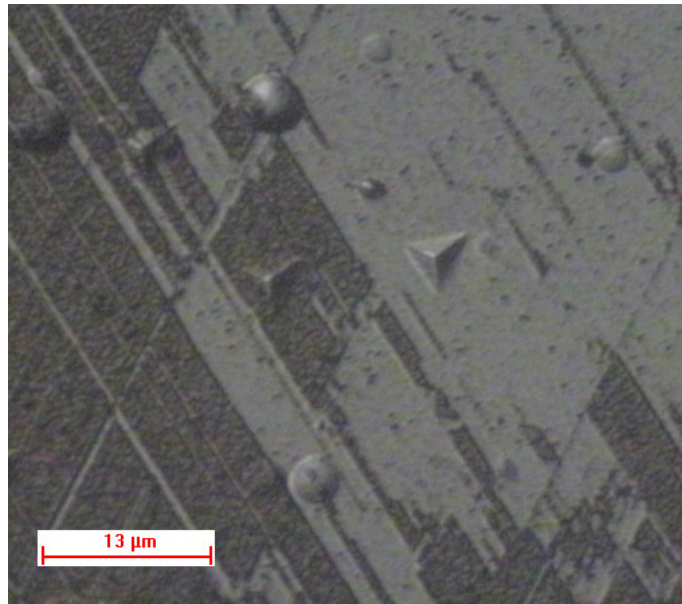


Figura 4.12 – Imagens fornecidas pelo sistema de vídeo do nanoindentador de uma região onde foi realizado um conjunto de medidas (aumento 1000x).

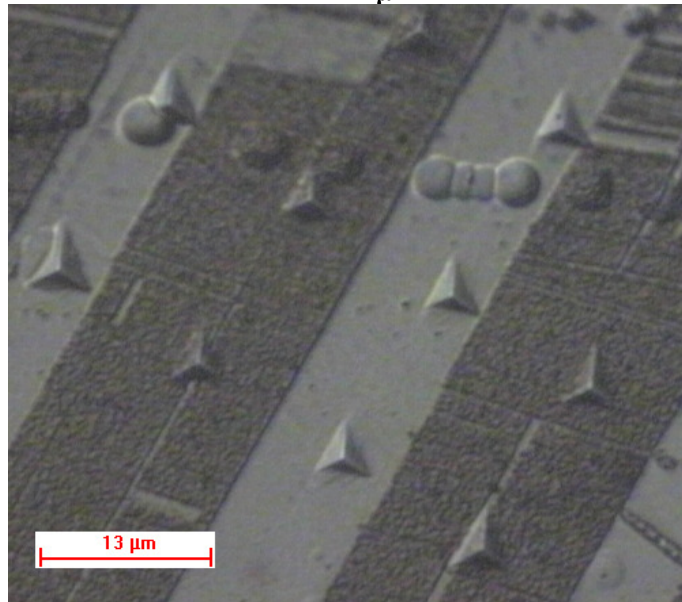
Amostra: TG=197 μ m – 1 ciclo – estado deformado

Reagente: 1,2g de K₂S₂O₅ + 0,8g de NH₄HF₂ + 100ml de água

O mapeamento e legenda possibilitaram o descarte de medidas realizadas em regiões da superfície que apresentam problemas, como contornos de grão e fronteiras de fases (Fig. 4.12). Outro procedimento adotado foi o descarte de algumas indentações em matrizes que abrangiam grãos diferentes.



TG=123µm



TG=197µm

Figura 4.13 – Imagem obtida por microscopia óptica: região de nanoindentação com medidas precisas em fases distintas. Condição: 1 ciclo – estado deformado

Reagente: 1,2g de $K_2S_2O_5$ + 0,8g de NH_4HF_2 + 100ml de água

Na figura 4.13 observou-se a presença de ‘bolhas’ possivelmente formadas durante o ataque químico para coloração. Como tais bolhas podem prejudicar a análise de dureza, as indentações realizadas sobre elas foram rejeitadas.

Como era esperado, a fase martensítica ϵ apresenta uma dureza maior que a fase austenítica γ . Assim o indentador nas regiões de martensita alcança uma profundidade (deslocamento) menor para uma mesma carga (Fig. 4.14).

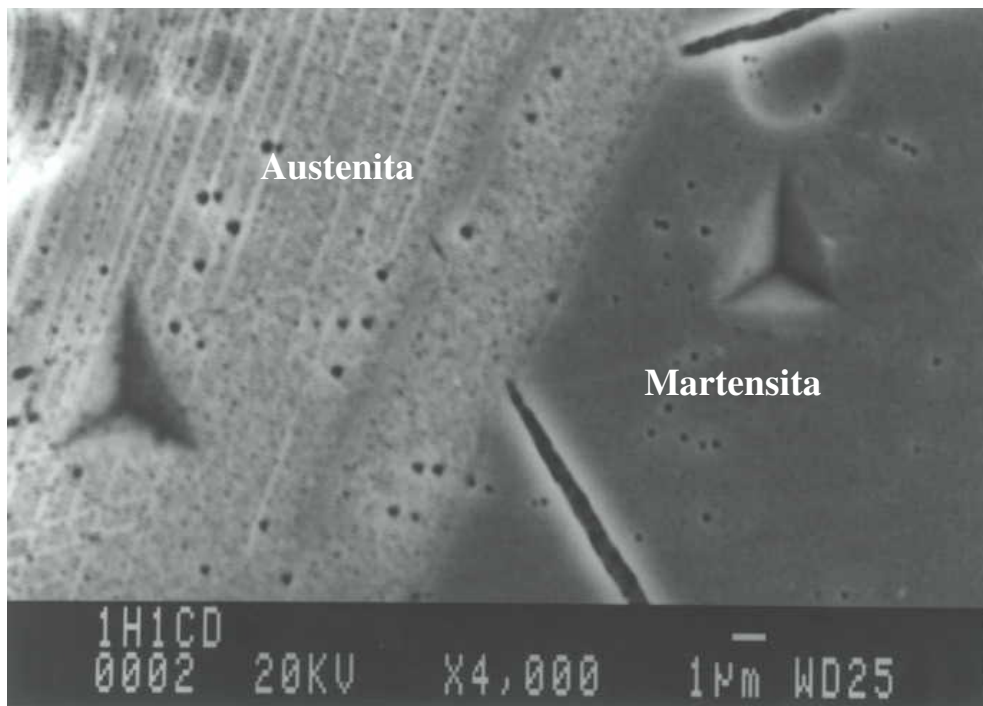


Figura 4.14 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV): impressão das indentações na austenita (região clara) e na martensita (região escura)
Amostra: TG=151µm – 1 ciclo – estado deformado
Reagente: 1,2g de K₂S₂O₅ + 0,8g de NH₄HF₂ + 100ml de água

Com o método utilizado para as medidas de nanoindentação por carregamento e descarregamento, notou-se na figura 4.15 uma diferença nas curvas carga versus deslocamento para a martensita e para a austenita. Para um mesmo valor de carga, as indentações realizadas nas regiões de martensita apresentaram menor deslocamento do indentador do que as indentações realizadas nas regiões de austenita, indicando a diferença de dureza entre as fases.

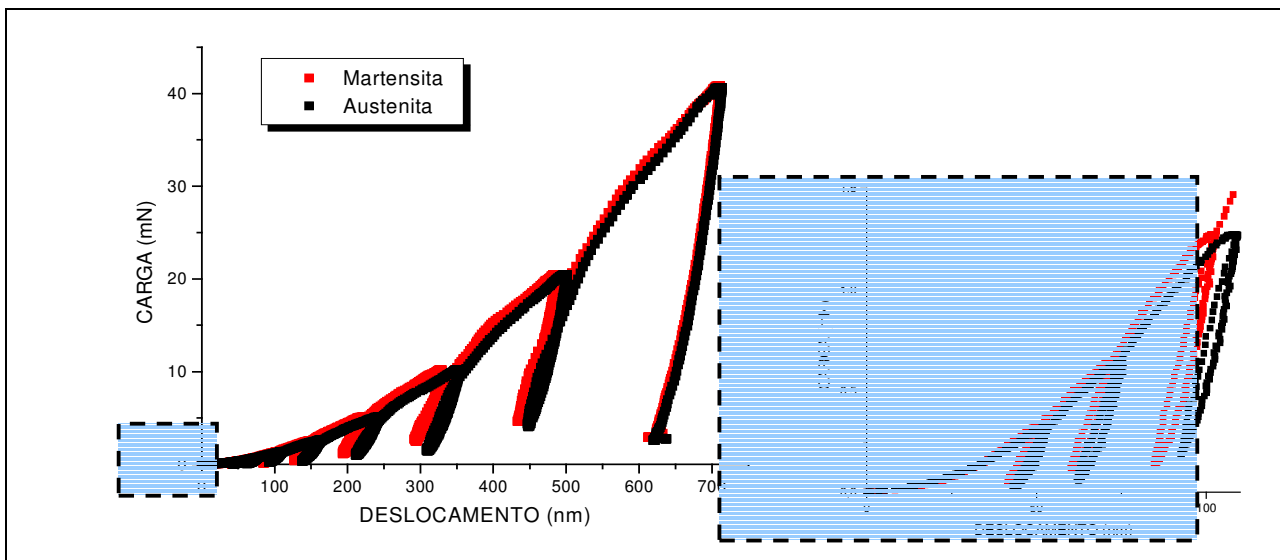


Figura 4.15 – Gráfico carga versus deslocamento para martensita e austenita. Configuração do procedimento de nanoindentação com sucessivos carregamentos e descarregamentos e detalhe das diferentes curvas devido a diferença de dureza das fases.
Amostra: 197µm – 6 ciclos – estado deformado

Conforme descrito no capítulo 3, em cada local da amostra foram realizadas oito indentações com cargas diferentes (Fig. 4.15). Porém, na análise dos dados, notou-se que a dureza da austenita

aumentava a cada indentação devido à transformação em martensita que ocorre com a compressão para ligas com efeito de memória de forma. Portanto, para a determinação dos valores de dureza e módulo de elasticidade foram considerados apenas os dados obtidos com os três primeiros valores de carga: 0,3; 0,6 e 1,3mN.

Os valores médios de dureza encontrados para cada tamanho de grão e ciclos de treinamento são apresentados na Tabela 4.2. Os valores equivalentes em dureza Vickers (H_V) foram calculados pela equação [fonte: <http://www.micromaterials.co.uk>]:

$$H_V = 94,5 \times H_{GPa}$$

Tabela 4.2 – Dureza média das fases para cada tamanho de grão e ciclo de treinamento (estado deformado)

TG (μm)	MARTENSITA (GPa)		AUSTENITA (GPa)	
	1 ciclo	3 ciclos	1 ciclo	3 ciclos
123	6,6 \pm 0,8	6,9 \pm 1,1	3,0 \pm 0,8	3,0 \pm 1,2
151	7,1 \pm 1,4	6,9 \pm 1,0	3,3 \pm 1,1	3,3 \pm 1,1
197	7,6 \pm 1,2	6,5 \pm 1,2	2,8 \pm 1,0	2,8 \pm 1,0
Média	7,1 \pm 1,1	6,8 \pm 1,1	3,0 \pm 1,0	3,0 \pm 1,1
Total	7,0 \pm 1,1		3,0 \pm 1,1	

Observa-se na tabela 4.2 que os valores de dureza da martensita e da austenita praticamente não foram influenciados pelos diferentes tamanhos de grão austenítico, o que era de se esperar visto que as medidas foram realizadas com indentações que não atravessavam o contorno de grão. Também não foi observada influência significativa da ciclagem nas durezas da austenita e da martensita. Os valores de dureza medidos para amostras submetidas a 6 ciclos não foram utilizados, pois apresentaram problemas de medição.

A dureza do aço AISI 420 (inoxidável martensítico) temperado a 20°C é de 52 RC ou 545 Vickers [ASM, 1995], valor inferior ao encontrado para martensita da liga estudada neste trabalho, que foi de 6,8 a 7,1 GPa ou 643 a 671 Vickers (composição do aço 420: 0,15% C, 1% Mn, 1% Si, 12% Cr).

No caso da austenita a dureza dos aços inoxidáveis recozidos é da ordem de 58 RA ou 200 a 220 Vickers [ASM, 1995]. Para a liga deste trabalho a dureza da austenita encontrada foi de 3,0 GPa ou 284 Vickers.

A relação entre as durezas da martensita e da austenita obtida em aços inoxidáveis é de $550/210 = 2,6$; próxima à encontrada neste trabalho que foi de $7,0/3,0 = 2,3$.

4.4.1 Módulo de elasticidade

O módulo de elasticidade, ou módulo de Young, também foi medido para cada tamanho de grão e os valores obtidos estão listados na tabela 4.3. Da mesma forma que a dureza medida por nanoindentação, o módulo de elasticidade não foi afetado de maneira significativa pelo tamanho de grão austenítico ou pela ciclagem.

Tabela 4.3 – Módulo de elasticidade para cada tamanho de grão

TG (μm)	MARTENSITA (GPa)		AUSTENITA (GPa)	
	1 ciclo	3 ciclos	1 ciclo	3 ciclos
123	192 \pm 35	199 \pm 40	151 \pm 46	127 \pm 36
151	191 \pm 26	219 \pm 41	141 \pm 38	141 \pm 55
197	207 \pm 35	200 \pm 30	132 \pm 44	132 \pm 44
Média	197 \pm 32	206 \pm 37	141 \pm 43	133 \pm 45
Total	202 \pm 35		137 \pm 44	

Os resultados obtidos indicam uma relação entre os módulos de elasticidade da martensita e da austenita de $202/137=1,47$.

O módulo de elasticidade mede o esforço realizado para deslocar os átomos de suas posições primitivas dentro de uma estrutura. Ao se retirar a carga aplicada os átomos voltam às suas posições originais, sem deixar qualquer deformação permanente, ou seja, o material encontra-se dentro de sua região elástica.

Para os aços inoxidáveis recozidos (séries 200, 300 e 400) o módulo de elasticidade varia entre 193 e 200 GPa [ASM, 1995]. Não foram encontrados na literatura dados do módulo de elasticidade para aços inoxidáveis temperados. Com o ensaio de nanoindentação foi possível medir o módulo de elasticidade das fases martensítica e austenítica isoladamente. Esta informação não estava disponível na literatura e também é uma contribuição original levantada por este trabalho.

4.4 Fração volumétrica das fases

Conforme citado anteriormente, após a otimização do processo de ataque químico para coloração foi possível a quantificação das fases por microscopia óptica. As imagens obtidas foram convertidas para escala de cinza e, utilizando-se o programa QW500 do equipamento NEOPHOT, foi realizada a quantificação das fases (Fig. 4.17).

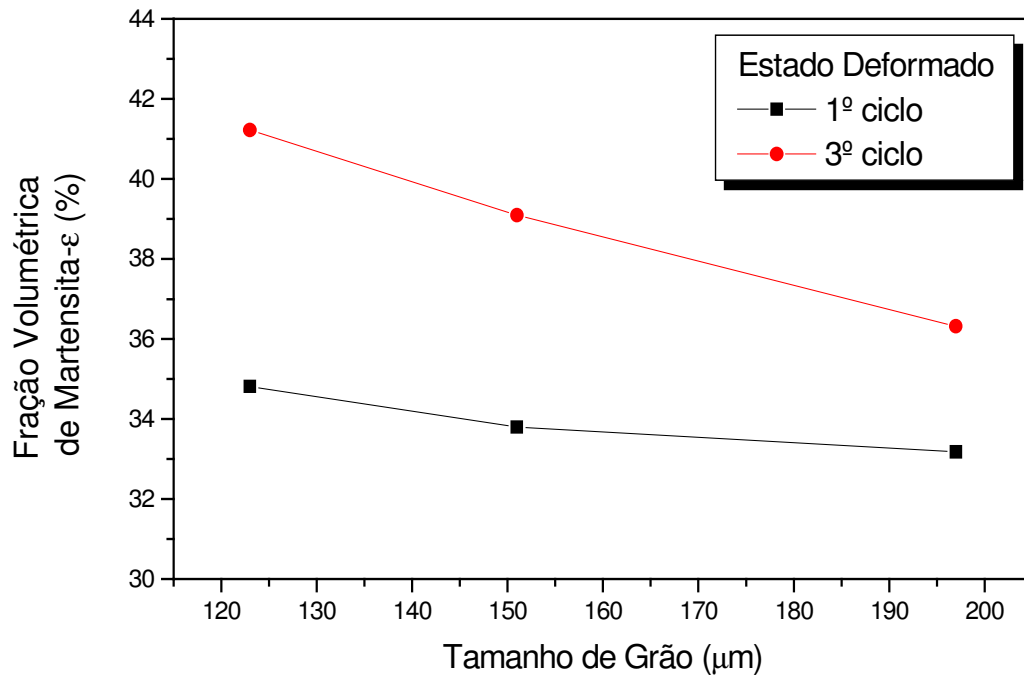


Figura 4.17 – Fração volumétrica da martensita-ε em função do tamanho de grão para o 1º e 3º ciclos no estado deformado.

Com o aumento do tamanho de grão observou-se uma redução da fração volumétrica de martensita-ε. Esta redução é maior para amostras submetidas a três ciclos de treinamento. Para explicar esses resultados podem ser consideradas duas hipóteses: que o contorno de grão atua como uma região de nucleação da martensita e de acomodação da deformação produzida pelo crescimento de placas de martensita [NASCIMENTO, 2002]. Então, como as amostras com menor tamanho de grão apresentam mais contornos de grão resultaram em uma maior quantidade de martensita-ε.

Outra característica observada neste trabalho foi o aumento da fração volumétrica de martensita-ε com o aumento da ciclagem térmica (Tab. 4.5). O treinamento contribui para o surgimento de bandas da ordem de nanômetros com estrutura lamelar, formada por austenita e martensita-ε, que contribuem para a reversão da martensita [BERGEON, 2000]. Outro fator que ocorre com o treinamento é a eliminação das variantes de martensita que não contribuem na direção de solitação, aumentando as que contribuem para a deformação [NASCIMENTO, 2002].

Tabela 4.5 – Fração volumétrica da martensita-ε para o estado deformado (em %)

Tamanho de grão (μm)	1 ciclo	3 ciclos
123	34,8±4,6	41,2±3,0
151	33,8±2,7	39,1±5,2
197	33,2±4,7	36,3±2,5

Os resultados para fração volumétrica de martensita-ε obtidos neste trabalho, por microscopia óptica, coincidem com os resultados obtidos por Nascimento [NASCIMENTO, 2002] para a mesma liga, utilizando o método de difração de raios-X (Fig. 4.18).

Para valores de tamanhos de grão próximos, 123 μm deste trabalho com 129 μm de Nascimento [NASCIMENTO, 2002], e, especialmente para as amostras do 3º ciclo, obteve-se uma mesma fração volumétrica de martensita- ϵ , em torno de 40 %, tanto na caracterização por microscopia óptica como por difração de raios-X. Isto mostra que o ataque químico desenvolvido permite distinguir claramente as duas fases (austenita e martensita- ϵ), possibilitando a quantificação das mesmas por análise de imagem.

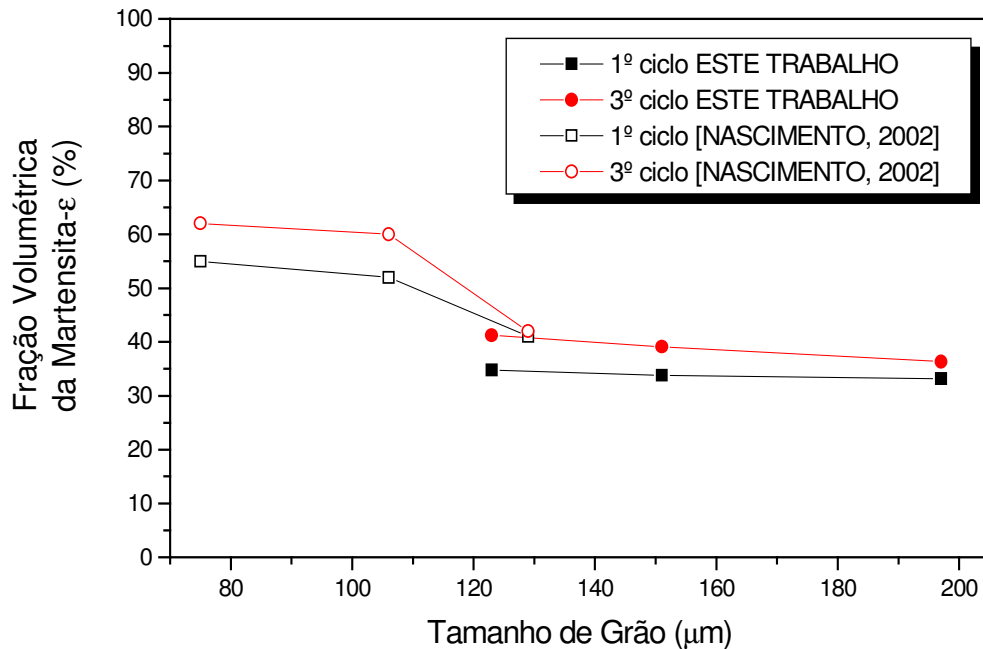


Figura 4.18 – Comparação de resultados de fração volumétrica de martensita- ϵ para diferentes tamanhos de grão e ciclos de treinamento [NASCIMENTO, 2002]

1. Results and discussion

2. Conclusions

3. Acknowledgement

4. References

Beraha, E.; Shpigler, B.; 1977, Color Metallography, American Society for Metals, Metals Park, Ohio.

Bergeon, N.; Guenin, G.; Esnouf, C.; 1997, Characterization of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: microstructural observation at different scales, mechanism of formation and growth, *Mat. Sci. Eng.* A238, 309-316.

Bueno, J. C., 2002, Estudo das propriedades mecânicas em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma utilizando a técnica de nanoindentação, III Encontro de Jovens Pesquisadores no IFGW, UNICAMP, 4 a 6 de setembro de 2002, Campinas-SP

Funakubo, H., 1987, *Shape Memory Alloys*, Ed. Hiroyasu Funakubo, University of Tokyo, Capítulo 1

Jost, N.; 1999, Thermal fatigue of Fe-Ni-Co-Ti shape memory alloys, *Materials Science and Engineering* A273-275, 649-653

Liu, D. Z.; Kajiwara, S.; Kikuchi, T.; Shinya, N.; 2000, Semiquantitative analysis of surface relief due to martensite formation in Fe-Mn-Si-based shape memory alloys by atomic force microscopy, *Philosophical Magazine Letters*, Vol. 80, Nº 12, 745-753

Meng, Q., Rong, Y., Chen, S., Hsu, T.Y., Zuyao, X., 2001, The relationship of the volume fraction of martensite vs. plastic strain in an Fe-Mn-Si-Cr-N shape memory alloy, *Materials Letters* 50, p. 328-332

Nascimento, F.C.; Otubo, J.; Cardoso, L.P.; Mei, P.R., 2000, The austenite grain size effect on the precipitation of α' martensite on stainless Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co shape memory alloys, *Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CBECIMAT*, 03 a 06 de dezembro de 2000, São Pedro, SP, p. 74.

Nascimento, F.C., 2002, Efeito do Tamanho de Grão nas Propriedades Mecânicas e na Recuperação de Forma de Ligas Inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma, Tese de Doutorado, DEMA/FEM/UNICAMP, Campinas, SP.

Otubo, J.; 1996, Desenvolvimento de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma: elaboração e caracterização, Tese de Doutorado, DEMA/FEM/UNICAMP, Campinas, SP.

Saadat, S.; Salichs, J.; Noori, M.; Hou, Z.; Davoodi, H.; Bar-on, I.; Suzuki, Y.; Masuda, A.; 2002, An overview of vibration and seismic applications of NiTi shape memory alloy, *Smart Mater. Struct.* 11, 218-229

Vander Voort, G. F., 1984, *Metallography: Principles and Practice*, McGraw-Hill Book Co., New York.

Vander Voort, G. F., 1985, Tint Etching, *Metal Progress*, 127, 31-41.