

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR Fabiana Cristti
na Nascimento E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 17/06/92
Paulo Roberto Mei
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

**EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS E NA RECUPERAÇÃO DE FORMA DE LIGAS
INOXIDÁVEIS COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA**

Autora: **Fabiana Cristina Nascimento**
Orientador: **Prof. Dr. Paulo Roberto Mei**
Co-orientador: **Prof. Dr. Jorge Otubo**

06/2002

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEC.ÃO CIRCULANTE

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS E NA RECUPERAÇÃO DE FORMA DE LIGAS
INOXIDÁVEIS COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA**

Autora: Fabiana Cristina Nascimento
Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Mei
Co-orientador: Prof. Dr. Jorge Otubo

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos

Tese de doutorado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2002
SP. – Brasil

UNIDADE	BC
Nº CHAMADA	T7UNICAMP
	N17e
V	EX
TOMBO BC/	55916
PROC.	16/124103
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	09/12/03
Nº CPD	

CM00190973-6

b id 303168

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

N17e Nascimento, Fabiana Cristina
Efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas e na recuperação de forma de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma / Fabiana Cristina Nascimento. -- Campinas, SP: [s.n.], 2002.

Orientadores: Paulo Roberto Mei ; Jorge Otubo.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Transformações martensíticas. 2. Contorno de grão. 3. Aço inoxidável austenítico. 4. Ligas (Metalurgia). I. Mei, Paulo Roberto. II. Otubo, Jorge. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. IV. Título.

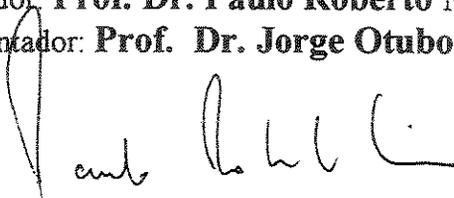
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

TESE DE DOUTORADO

Autora: **Fabiana Cristina Nascimento**

Orientador: **Prof. Dr. Paulo Roberto Mei**

Co-orientador: **Prof. Dr. Jorge Otubo**



Prof. Dr. Paulo Roberto Mei, Presidente
Faculdade de Engenharia Mecânica - Unicamp



Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto
Instituição: UNESP



Prof. Dr. João Manuel Domingos de Almeida Rollo
Instituição: USP-São Carlos



Prof. Dr. Lisandro Pavie Cardoso
Instituição: Instituto de Física - Unicamp



Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
Instituição: Faculdade de Engenharia Mecânica - Unicamp

Campinas, 06 de junho de 2002

DEDICATÓRIA

Este trabalho é dedicado a todos aqueles que possuem um espírito científico dentro de si, rompendo todos os limites para desvendar os mistérios da vida!

*Aos meus queridos pais: “Carlos e Anizia Nascimento”
com os quais eu aprendi a caminhar
para chegar até aqui...*



“Tudo é determinado pelas forças sobre as quais não temos controle. Assim é para os insetos como também para as estrelas. Seres humanos, vegetais ou poeira cósmica – todos dançam um misterioso ritmo, entoado à distância por um flautista invisível”.

(Albert Einstein)

AGRADECIMENTOS

Deixo registrado aqui, os meus sinceros agradecimentos a todas as pessoas e instituições que de alguma forma contribuíram para o desenvolvimento e conclusão desse projeto:

Aos meus pais, *Carlos e Anizia Nascimento* e também a minha irmã *Carla E. Nascimento* por todo o apoio e compreensão em minha escolha para que pudesse chegar a conclusão desse trabalho.

Ao amigo e orientador *Prof. Dr. Paulo Roberto Mei* com o qual eu tive a oportunidade de conhecer e desenvolver um trabalho cujo tema “ligas com efeito de memória de forma” trata-se de um material novo e promissor em termos científicos e tecnológicos no país. Obrigada pelo apoio, pela confiança e por todas as conversas e orientações durante o desenvolvimento desse trabalho, que resultaram não somente em minha formação profissional, mas também em minha formação como ser humano.

Ao Prof. Dr. Jorge Otubo responsável por introduzir a linha de memória de forma dentro da Unicamp e também orientador dessa tese. Deixo aqui os agradecimentos por toda a orientação científica, análise de resultados, discussões e também um convite especial que para que possamos juntos continuar a trabalhar nesta linha.

Ao CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, por todo o apoio financeiro concedido para que esse trabalho pudesse ser finalizado..

Ao *Prof. Dr. Lisandro Pavie Cardoso* (Instituto de Física-Unicamp) com o qual tive a oportunidade de realizar todas as medidas de difração de raios X e pela orientação durante a discussão dos resultados.

Ao colega Alfredo (Instituto de Física-Unicamp) pelo apoio técnico durante a realização das medidas de difração de raios X

Em particular um agradecimento especial à amiga *Maria Dorotéia Costa Sobral*, que acompanhou este trabalho desde o início sendo fiel testemunha de todos os momentos difíceis e alegres que fizeram parte desta caminhada.

Ao *Prof. Dr. Carlos Mauricio Lepiensi* (Depto. de Física – UFPR) que gentilmente cedeu o uso do Nanoindentador para realizar as medidas de nanodureza em algumas amostras.

À Multi-Alloy – SP, onde foram realizadas as primeiras laminações à quente com o material em forma de lingote.

Ao colega Odair Doná Rigo, com o qual eu tive a oportunidade de realizar alguns testes metalográficos utilizando os laboratórios de metalografia instalados nas dependências do IPEN.

Aos colegas: Rita H. B. Jacon, José Luiz e Emílio Cardoso por todo o apoio técnico durante a realização dos experimentos.

Ao amigo *Reinaldo L. Cavasso Filho* e aos colegas de pós-graduação João Augusto e Marco Antonio pelo companheirismo durante todo o desenvolvimento desse trabalho.

A Flávio Vasselo Sorrila que, como aluno de iniciação científica, vem contribuindo com o grupo na parte de análise metalográfica.

A todos os professores da Faculdade de Engenharia Mecânica com os quais eu tive a oportunidade de concluir cursos para aprimorar meus conhecimentos para melhor finalizar o trabalho proposto.

E finalmente a todos os alunos, funcionários e colegas que contribuíram para o desenvolvimento desse trabalho,

muito obrigada!

ÍNDICE

RESUMO	i
ABSTRACT	ii
Lista de Figuras	iii
Lista de Tabelas	x
Lista de Símbolos e Abreviações	xiii

Capítulo 1 Introdução

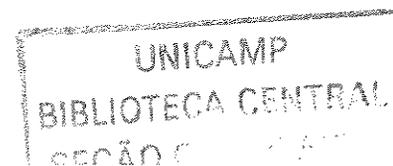
1.1	Motivação do trabalho – Escolha do tema	1
1.2	Objetivos	3
1.3	Apresentação	3

Capítulo 2 Revisão da Literatura

2.1	Influência do tamanho de grão nas propriedades de recuperação de forma	8
2.2	Efeito do Co em ligas a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni com EMF	12
2.3	O efeito de memória de forma para as ligas a base de Fe	12
2.3.1	Transformação martensítica	14
2.3.2	Cristalografia da transformação martensítica	16
2.4	Ensaio utilizados para induzir a martensita- ϵ mecanicamente	19
2.5	Fração volumétrica da martensita- ϵ (hc)	20
2.6	Aplicações práticas	21

Capítulo 3 Procedimento Experimental

3.1	Material	27
3.2	Procedimento para obtenção das amostras – ciclos de treinamento	28
3.2.1	Liga A	28
3.2.2	Liga B	30
3.3	Técnicas utilizadas	33
3.3.1	Conformação mecânica	33
3.3.2	Tratamento Térmico	36
3.3.3	Metalografia	39
3.3.4	Difração de raios X	41
3.3.5	Ensaio de dureza	43
3.3.6	Ensaio de compressão	43
	- Condições do ensaio	43
	- Treinamento	45
	- Limite de escoamento e tensão a 4% de deformação	48
	- O efeito de memória de forma	54



Capítulo 4	Resultados e Discussões	
4.1	Análise da microestrutura	57
4.1.1	Liga A	57
4.1.2	Liga B	63
4.2	Difração de raios X	67
4.2.1	Identificação das fases e análise dos difratogramas	67
4.2.2	Parâmetro de rede – relação c/a para martensita hexagonal	76
4.2.3	Análise quantitativa da martensita-ε após os ciclos de treinamento	78
4.2.3.1	Liga A	78
4.2.3.2	Liga B	82
4.2.3.3	Liga A versus Liga B	86
4.3	Propriedades mecânicas	88
4.3.1	Dureza Vickers	88
4.3.2	Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$)	90
4.3.2.1	Efeito do tamanho de grão no limite de escoamento	92
4.3.4	Tensão a 4% de deformação por compressão ($\sigma_{4\%}$)	94
4.4	O efeito de memória de forma	99
Capítulo 5	Conclusões	107
Capítulo 6	Referências	109
Apêndice I		120

Apêndice II 128

Apendice III 135

Propostas para trabalhos futuros 138



RESUMO

NASCIMENTO, Fabiana Cristina, *Efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas e na recuperação de forma de ligas inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2002. 137p. Tese (Doutorado).

O conteúdo deste trabalho apresenta resultados que permitem avaliar a influência do tamanho de grão em algumas propriedades mecânicas e de recuperação de forma das ligas à base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co. Verificou-se que o refinamento da microestrutura facilitou a transformação e reversão da martensita- ϵ , indicando que amostras com menor tamanho de grão apresentaram uma recuperação de forma maior. O efeito do tamanho de grão nas propriedades mecânicas foi mais evidente nos primeiros ciclos de treinamento. Em termos de EMF, o efeito mais significativo foi entre o primeiro e segundo ciclos para todas as condições de TG. No primeiro ciclo de compressão, a amostra com TG = 75 μ m apresentou uma recuperação de forma 50% superior quando comparada com condição de TG = 129 μ m. Parâmetros como dureza Vickers, dureza superficial, limite de escoamento e fração volumétrica das fases, também foram avaliados em função do tamanho de grão.

Palavras chave: Ligas inoxidáveis, efeito de memória de forma, tamanho de grão, tratamento termomecânico, fração volumétrica das fases.

ABSTRACT

NASCIMENTO, Fabiana Cristina, *Grain size effect on the shape recovery properties of the stainless alloys with shape memory recovery*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2002. 137p. Tese (Doutorado).

The content of this work present results that allow to evaluate the grain size influence in some mechanical and recovery properties of the Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co based alloys. It was verified that the microstructure refinement facilitated the transformation and reversion of ϵ martensite, indicating that small grain size samples presented a major shape memory recovery. The grain size effect on the mechanical properties it was more evident on the first cycles trainig. In terms of SME, the effect more significant it was between first and second cycles for the all grain size conditions. On the first compression cycle the sample with $GS = 75\mu\text{m}$ presented a shape recovery 50% upper when compared with the condition of $GS = 129\mu\text{m}$. Parameters as Vickers hardness, superficial hardness, yield strength, strain-stress and volume fraction of phases also were studied as a function grain size.

Palavras chave: Stainless steel, shape memory effect, grain size, thermomechanical treatment, volume fraction of phases.

Lista de Figuras

Capítulo 2

2.1	Número de artigos envolvendo pesquisas com digas de ferro com EMF nos últimos 30 anos. Web of Science -----	07
2.2	Efeito de Memória de Forma – EMF -----	13
2.3	Seqüência de empilhamento atômico. a) estrutura hc com superposição de planos cristalinos (0001) na direção [0001]. c) estrutura cfc com superposição de cada terceiro plano cristalino (111) na direção [111]. -----	16
2.4	Relação de orientação entre as fases ϵ (hc) e γ (cfc). -----	17
2.5	Mecanismo de Pólo segundo Seeger para a transformação cfc-hc. -----	18
2.6	Aplicação de ligas com EMF na área espacial. -----	23
2.7	EMF- aplicações práticas. a)- Molas com EMF adaptas a sistemas para esterilizar material cirúrgico, b)- Mola com EMF adaptada a uma chaleira. -----	24

- 2.8 Aplicação das ligas com EMF, atuadores. -----24
- 2.9 Dispositivo para liberação do painel solar atuado por uma bucha com EMF.-----25

Capítulo 3

- 3.1 Diagrama esquemático do procedimento experimental referente a liga A para obter amostras com diferentes tamanhos de grão – preparação das amostras para os ciclos de treinamento.-----28
- 3.2 Micrografia ótica da liga A após 40% de redução de área. Aumento, 400X. ----29
- 3.3 Desenho esquemático do procedimento experimental da liga B para obter amostras com diferentes tamanhos de grão – preparação das amostras para os ciclos de treinamento. -----31
- 3.4 Estado bruto de fusão – liga B, a) Lingote no estado bruto de fusão, b) Micrografia ótica, c) MEV- tamanho das inclusões, d) MEV- geometria irregular das inclusões.-----32
- 3.5 Laminador e forja utilizados para conformação mecânica. a) Laminação a quente – Multialloy, b) Laminador (DEMA/FEM/UNICAMP), c) Forja rotativa (DEMA/FEM/UNICAMP) -----35
- 3.6 Forno tipo mufla utilizado para aquecimento das barras para laminação a quente e posteriores tratamentos térmicos. DEMA/FEM/UNICAMP. -----36
- 3.7 Diâmetro médio do grão austenítico em função do tempo de treinamento térmico a 1050°C para as ligas A e B. ----- 37

3.8	Micrografia ótica mostrando uma região onde ocorreu crescimento anormal de grão, TG = 88 μ m, reagente: 2mlHCl + 2mlHNO ₃ + 1ml de glicerina. Último ciclo de treinamento, liga A. -----	39
3.9	Difratômetro de raios X, Philips do Instituto de Física – Unicamp.-----	41
3.10	Desenho esquemático do difratômetro utilizando monocromador para análise de amostras policristalinas. -----	42
3.11	Corpo de prova preparado para ensaio de compressão. -----	44
3.12	Aspecto do corpo de prova da liga B para o tratamento termomecânico (h= 20mm, ϕ = 6mm), a) antes dos ensaios de compressão, b) no sexto ciclo de tratamento termomecânico. -----	45
3.13	Desenho esquemático do treinamento utilizado para a liga A. -----	46
3.14	Divisão das amostras (liga A) após o quinto ciclo de compressão. -----	47
3.15	Desenho esquemático do treinamento referentes a liga B. -----	48
3.16	Curva obtida durante o ensaio de compressão para a amostra com TG=75 μ m referente ao primeiro ciclo de compressão. Liga B. -----	50
3.17	Curva de carregamento obtida durante o primeiro ciclo de ensaio de compressão para amostra com TG = 75 μ m. Liga B. -----	50
3.18	Comparação das curvas durante o carregamento para o ensaio de compressão e tração em ligas inoxidáveis com EMF. -----	51
3.19	Curva carga-deformação para os ciclos (1), (2) e (4) respectivamente. Liga A. -	52

- 3.20 Curva carga-deformação para os ciclos (1), (2) e (5) respectivamente. Liga B. - 52
- 3.21 Esquema apresentando as dimensões após a deformação e após a recuperação de forma. ----- 54
- 3.22 Curva obtida durante o ensaio de compressão. -----55

Capítulo 4

- 4.1 Microscopia ótica mostrando a mudança na microestrutura em função do tamanho de grão do estado deformado (a, c, e g, i) para o estado recuperado (b, d, f, h, j) referente a liga A. Ataque: 2mlHCl + 2mlHNO₃ + 1ml glicerina. ----- 58
- 4.2 Distribuição das placas de martensita-ε no interior do grão para amostra solubilizada a 1050°C 2 horas, liga A. Polimento mecânico + eletrolítico: 8% HClO₄ + 92% de metanol. Reagente: 10ml H₂O+15mlHCl+15gr K₂S₂O₅+10grNH₄HF₂. Aumento: 400X. ----- 61
- 4.3 MEV, mostrando as placas de martensita-ε em amostras deformadas (sexto ciclo) com diferentes TG, liga A, ataque: 2mlHCl + 2mlHNO₃ + 1mlglicerina, TG = 35μm. ----- 62
- 4.4 MEV, mostrando as placas de martensita-ε em amostras deformadas (sexto ciclo) com diferentes TG, liga A, ataque: 2mlHCl + 2mlHNO₃ + 1mlglicerina, TG = 88μm. ----- 63
- 4.5 a) Micrografia ótica referente à liga B com TG = 75μm submetida a cinco ciclos de treinamento, no estado deformado, a) região próxima a borda. -----65

4.5	b) Micrografia ótica referente à liga B com TG = 75 μ m submetida a cinco ciclos de treinamento, no estado deformado, a) região central da amostra. -----	65
4.6	Micrografia ótica referente à liga B com TG = 129 μ m submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado. -----	66
4.7	Micrografia ótica referente à liga B com TG = 106 μ m submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado. -----	67
4.8	Espectro de raios X para o estado simplesmente solubilizado. a) Liga A e b) Liga B. -----	69
4.9	Comparação dos difratogramas de raios X da liga A para os diferentes estados (solubilizado, deformado e recuperado) em amostras com TG = 35 μ m. -----	71
4.10	Espectro de raios X obtido para os estados deformado no sexto ciclo de compressão. Liga A. -----	72
4.11	Espectros de raios X obtido para os estados recuperado no sexto ciclo de compressão. Liga A. -----	72
4.12	Espectro de raios X obtido para o estado deformado no primeiro, terceiro e sexto ciclo de compressão, TG = 75, 106 e 129 μ m, liga B. -----	73
4.13	Espectro de raios X referente a amostra com TG = 75 μ m para os estados deformado e recuperado, liga B, sexto ciclo. -----	74
4.14	Relação c/a em função do diâmetro médio do grão austenítico para a amostra do último ciclo de treinamento, liga A. -----	77

4.15	Fração volumétrica média da martensita-ε em função do tamanho de grão para os estados: deformado e recuperado. Último ciclo de treinamento, liga A. -----	78
4.16	Fração volumétrica média da martensita-ε em função do tamanho de grão para os ciclos (1), (3) e (6) no estado deformado, liga B. -----	84
4.17	Fração volumétrica média da martensita-ε em função do tamanho de grão para os ciclos (1), (3) e (6) no estado recuperado, liga B. -----	84
4.18	Fração volumétrica de martensita-ε revertida para austenita em função do tamanho de grão de amostras das ligas A e B, último ciclo de treinamento.-----	86
4.19	Variação da dureza Vickers em função do tamanho de grão para os estados: solubilizado a 1050°C, deformado e recuperado (sexto ciclo). Liga A. Teor de martensita indicado em cada ponto.-----	88
4.20	Limite de escoamento a 0,2% de deformação em função do número de ciclos para diferentes TG, liga A.-----	91
4.21	Limite de escoamento a 0,2% de deformação em função do número de ciclos para diferentes TG, liga B.-----	91
4.22	Variação do limite de escoamento $\sigma_{0,2\%}$ (sexto ciclo de treinamento, estado deformado) em função do TG, liga A. -----	93
4.23	Variação do limite de escoamento em função de $(1/\sqrt{D})$.-----	93
4.24	Variação da tensão para 4% de deformação em função do tamanho de grão para os ciclos (1), (2) e (6), liga A. -----	96

4.25	Variação da tensão para 4% de deformação em função do número de ciclos para diferentes condições de TG, liga B. -----	97
4.26	Curva esquemática (força versus deformação) para diferentes tamanhos de grão, liga A Os valores de limite de escoamento e tensão 4% de compressão estão indicados nas respectivas curvas e correspondem aos valores obtidos no último ciclo de deformação. Valores de martensita-ε indicados no gráfico.-----	98
4.27	Efeito do tamanho de grão na recuperação de forma (R_F) para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5), liga B. -----	100
4.28	Efeito do tamanho de grão na recuperação elástica (%) para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5). Liga B.-----	102
4.29	Efeito do tamanho de grão na recuperação total (%) para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5). Liga B. -----	104

Apêndice

A1	Fator de espalhamento atômico f_n em função de $\text{sen}\theta/\lambda$. -----	133
----	---	-----

Lista de Tabelas

Capítulo 2

2.1	Relação dos artigos referentes à influência do TG no EMF das ligas a base de Fe. -----	11
2.2	Categorias dos materiais com EMF. -----	22

Capítulo 3

3.1	Composição química (% em peso)-----	27
3.2	Diâmetro médio do grão austenítico para as ligas A e B. -----	37
3.3	Dimensões dos corpos de prova para os ensaios de compressão -----	44

Capítulo 4

4.1	Identificação dos planos (hkl) referentes às fases austenítica e martensítica [Cullity, 1978], [Mirkin, 963], [Jee, 1995], [Yang, 1995], [Arapour, 1999].-----	70
4.2	Regiões do espectro para identificação das fases (fcc) e (bcc). -----	73
4.3	Relação c/a para o sexto ciclo de treinamento - estado deformado - liga A. ----	76

4.4	Fração volumétrica da martensita-ε para os diferentes estados da liga A com diversos tamanhos de grão. -----	78
4.5	Variação da fração volumétrica em função do número de ciclos para diferentes condições de tamanho de grão. Estado deformado - liga B. -----	83
4.6	Dureza Vickers para os estados solubilizado, deformado e recuperado no último ciclo de treinamento, liga A. -----	88
4.7	Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$), ligas A e B. -----	90
4.8	Tensão a 4% de deformação por compressão ($\sigma_{4\%}$), ligas A e B. -----	95
4.9	Recuperação de forma R_F (%) em função do tamanho de grão para os ciclos de tratamento termomecânico-Liga B. -----	99
4.10	Recuperação elástica R_E (%) em função do tamanho de grão para os ciclos de tratamento termomecânico-Liga B. -----	102
4.11	Recuperação total R_T em função do tamanho de grão para os ciclos de tratamento termomecânico-Liga B -----	103

Apêndice I

A1	Intervalo de confiança -----	121
A2	Tamanho de grão austenítico segundo a Norma ASTM E 112 -----	123
A3	Área da cauda de distribuição normal padronizada -----	124

A4 Pontos de probabilidade da distribuição t com v graus de liberdade ----- 126

Apêndice II

A5 Fator de estrutura e o fator $|F|^2$ de multiplicidade (p) para o sistema cúbico e hexagonal ----- 132

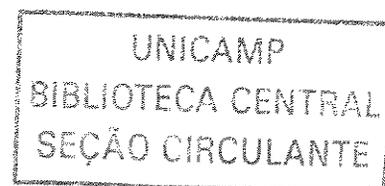
A6 Fator de espalhamento atômico para os planos (hkl) e (hk.l) ----- 133

Lista de símbolos e abreviações

Letras latinas e abreviações

a	distância interatômica na estrutura cúbica e hexagonal
ABABA.....	seqüência de empilhamento dos planos atômicos na estrutura hc
ABCABCAB...	seqüência de empilhamento dos planos atômicos na estrutura cfc
BF	bruto de fusão
c	distância entre dois planos basais na estrutura hc
cfc	estrutura cúbica de corpo centrada
C_γ	fração volumétrica da fase austenítica γ
C_s	fração volumétrica da fase martensítica s
D	diâmetro médio do grão austenítico
e	carga do elétron
e^{-2M}	fator de temperatura
EDE	energia de defeito de empilhamento
EMF	efeito de memória de forma
FE_{hkl}	fator de estrutura
f_n	fator de espalhamento atômico

hc	estrutura hexagonal compacta
(hkl)	indexação dos planos referentes a estrutura cúbica
(hk.l)	indexação dos planos referentes a estrutura hexagonal
h ₀	altura inicial do corpo de prova para ensaio de compressão
h ₁	altura do corpo de prova para 4% compressão (sem retirada da carga)
h ₂	altura do corpo de prova para 4% compressão (depois da retirada da carga)
h ₃	altura do corpo de prova depois da recuperação
hc	hexagonal compacto
I	intensidade integrada por unidade de comprimento da linha de difração
IC	intervalo de confiança
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
I ₀	intensidade do feixe incidente
I _γ	intensidade integrada referente à fase austenítica (cfc)
I _ε	intensidade integrada referente à fase martensítica ε (hc)
I _{α'}	intensidade integrada referente à fase martensítica α' (tcc ou ccc)
I _{hkl}	intensidade integrada dos picos de difração (hkl) e (hk.l)
LFFE	Laboratório de Fusão por Feixe de Elétrons
m	massa do elétron
MEV	microscópio eletrônico de varredura
M _I	temperatura de início da transformação da austenita para martensita
N	número de medidas e/ou campos
NC	número de ciclos
p	fator de multiplicidade
r	raio do círculo do difratômetro



R	parâmetro de reflexão
RA	redução de área
%RA	precisão relativa
R _E	recuperação elástica
R _F	recuperação de forma
R _T	recuperação total
s	desvio padrão
t	número tabelado referente a distribuição de Student
tcc	estrutura tetragonal de corpo centrado
TG	tamanho de grão austenítico
TT	tratamento termomecânico
V	volume da célula unitária
z	número tabelado que determina o nível de certeza

Letras gregas

α'	fase martensítica com estrutura cfc ou ccc
γ	fase austenítica com estrutura cfc
ε	fase martensítica com estrutura hc
μ_0	$4\pi \times 10^{-7} \text{ mkgC}^{-2}$
μ	coeficiente linear de absorção, média aritmética
ϕ_0	diâmetro inicial do material para ensaio de compressão
ϕ_1	diâmetro do corpo de prova no estado deformado sem alívio de carga
ϕ_2	diâmetro do corpo de prova no estado deformado com alívio de carga
ϕ_3	diâmetro do corpo de prova após a recuperação de forma
$\sigma_{0,2\%}$	limite de escoamento a 0,2% de deformação
$\sigma_{4\%}$	tensão mecânica a 4% de deformação

λ	comprimento de onda do raio X incidente
λ_{Cu}	comprimento de onda para o Cu
2θ	ângulo de difração de raios X

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

1.1 Motivação do Trabalho – Escolha do tema

O estudo de ligas inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma - EMF, ainda é um assunto muito recente no Brasil, tendo-se em vista que a primeira tese envolvendo este tema foi defendida na Unicamp em 1996. Durante o desenvolvimento dos primeiros trabalhos na Unicamp, que foram desde a elaboração das ligas até o estudo dos parâmetros que afetam o desempenho em termos de recuperação de forma, novas hipóteses e questionamentos começaram a surgir.

Existem muitos parâmetros internos (composição química, energia de defeito de empilhamento dentre outros) e externos (tratamento termomecânico) que afetam o EMF, porém o efeito do tamanho de grão (TG) é ainda contraditório na literatura, uma vez que existem pouquíssimos artigos específicos tratando diretamente desse parâmetro. Uma das hipóteses levantadas por Otubo [Otubo, 1996] diz respeito ao efeito do tamanho de grão nas propriedades de recuperação de forma das ligas a base de Fe. Segundo o autor, o TG menor facilitaria o EMF nesse tipo de material, o que levaria a supor que amostras com menor tamanho de grão apresentariam um melhor desempenho em termos de recuperação de forma. Esta suposição levantada por Otubo torna-se a principal questão a ser verificada nesse trabalho:

- *A redução no tamanho de grão aumentaria a recuperação de forma das ligas a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co?*

A resposta a esta primeira pergunta vem a dar continuidade ao tema dentro dessa linha, tornando este trabalho inédito e servindo como ponto de motivação para uma seqüência de novos trabalhos a serem desenvolvidos.

Outra informação interessante, é que de acordo com alguns dados da literatura, quanto maior a quantidade de martensita- ϵ mais fácil se torna à reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$, melhorando o EMF. Assim:

- *Como a fração volumétrica da martensita- ϵ seria afetada pelos diferentes tamanhos de grão?*

De acordo com a hipótese de Otubo [Otubo, 1996] se as amostras com menor TG apresentam maior recuperação de forma, então o refinamento do grão aumentaria a quantidade de martensita induzida durante a deformação.

Se essa hipótese for confirmada então algumas propriedades como limite de escoamento também deverão ser influenciadas com a variação do TG, esta idéia leva a verificar a seguinte situação:

- *Como o limite de escoamento variaria em função do tamanho de grão e em função do número de ciclos?*

Para confirmar estas hipóteses, foram elaborados os objetivos de tese onde, a partir dos quais, se deu início a todo o trabalho desenvolvido.

1.2 Objetivos

Os principais objetivos deste trabalho são:

- ✓ dar continuidade às pesquisas na linha de ligas inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma;
- ✓ verificar o efeito do TG nas propriedades de recuperação de forma;
- ✓ verificar o efeito do tamanho de grão no limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) e na tensão a 4% de deformação ($\sigma_{4\%}$) por compressão em amostras submetidas a diversos ciclos de treinamento;
- ✓ verificar a variação da dureza Vickers e da dureza superficial para diferentes TG em função do número de ciclos de treinamento;
- ✓ verificar o efeito do TG na fração volumétrica das fases formadas após o treinamento.

1.3 Apresentação

Para dar início ao desenvolvimento desse tema, fez-se necessário uma revisão bibliográfica que é apresentada no capítulo 2. Com base nesta revisão foi possível a atualização do tema bem como a abordagem dos principais pontos contraditórios referentes ao efeito do tamanho de grão nas propriedades de recuperação de forma e em algumas propriedades mecânicas. Os mecanismos responsáveis pela transformação martensítica ainda são motivos de discussão, motivo pelo qual, ainda neste capítulo também são apresentados os principais mecanismos citados e aceitos para explicar a transformação e reversão $\gamma(\text{cfc}) \leftrightarrow \epsilon(\text{hc})$, que é a base para o EMF.

Uma vez que o tema foi atualizado e com os principais conceitos em mente, a partir da motivação do trabalho e dos objetivos elaborados, definiu-se a etapa experimental, apresentada no capítulo 3. Neste capítulo é exposto a forma como os corpos de prova foram preparados e também as técnicas utilizadas, envolvendo todo o planejamento experimental.

Os resultados obtidos, comentários, discussões e comparações com os dados existentes na literatura estão apresentados no capítulo 4.

As conclusões finais com base no que foi apresentado no capítulo anterior estão expostas no capítulo 5 e a confirmação ou não das hipóteses iniciais apresentadas no início desse trabalho.

A referência bibliográfica, incluindo artigos e livros utilizados na apresentação do conteúdo deste trabalho está apresentada no capítulo 6.

Durante o desenvolvimento do trabalho, novas idéias e novos questionamentos surgiram no sentido de aprimorar os resultados e principalmente dar continuidade a esta linha de pesquisa. Com este objetivo estão apresentadas algumas sugestões para trabalhos futuros.

O método utilizado para se estimar a fração volumétrica das fases através de difração de raios X e todos os parâmetros envolvidos no cálculo estão apresentados no Apêndice I.

No Apêndice II estão listados os trabalhos apresentados em congressos e os artigos submetidos para revistas internacionais.

CAPÍTULO 2

REVISÃO DA LITERATURA

A humanidade evoluiu muito desde a descoberta dos metais, Período Neolítico, onde o homem primitivo utilizava os primeiros metais como utensílios domésticos, armas de caça e guerra. Por volta de 4000 A.C. o ferro já era considerado um metal precioso. Os relatos históricos afirmam que a Metalurgia surgiu na Mesopotâmia em 1750 A.C., onde foi encontrado o primeiro punhal de ferro com 10,8%Ni [Araújo, 1997]. A partir daí a necessidade de conseguir armas mais eficazes para derrotar o inimigo e a conquista de novos territórios serviram como estímulo para o desenvolvimento de novos materiais.

Hoje em dia, em busca de novas aplicações na medicina, na defesa civil, na área espacial, dentre outras, novos materiais começam a ser desenvolvidos, como por exemplo, os materiais com Efeito de Memória de Forma - EMF. Como será visto na revisão bibliográfica desse capítulo, trata-se de um material recente, onde ainda existem muitos pontos a serem discutidos, questionados e descobertos, visando ampliar o leque de aplicações práticas desse novo material.

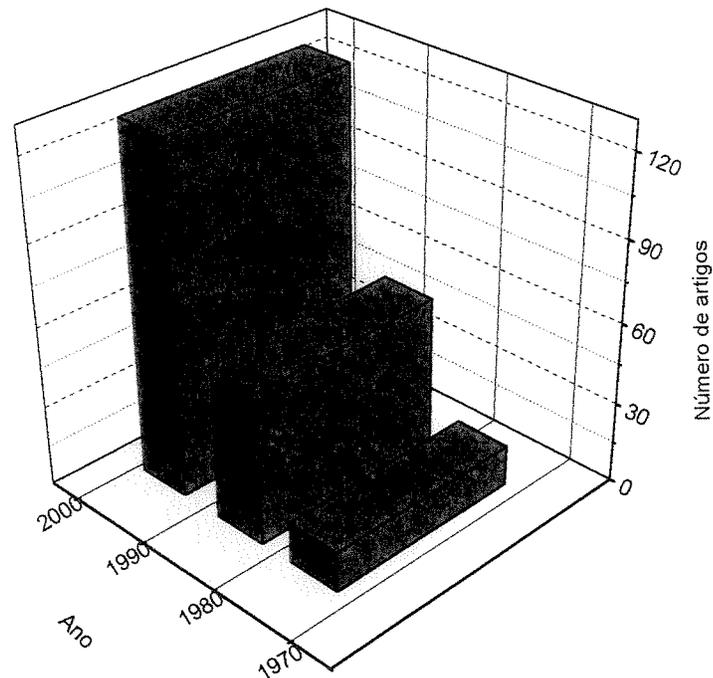


Figura 2.1 Número de artigos envolvendo pesquisas com ligas a base de Fe com EMF nos últimos 30 anos. Fonte: Web of Science.

No Brasil, poucos pesquisadores trabalham com esse tipo de material, pois se trata de um estudo ainda muito recente, [Otubo, 1995-1997, 1999a-b], [Arruda, 1999 e 2000], [Nascimento, 1999-2001]. Para se ter idéia, no 55º Congresso da ABM ocorrido em 2000, foram apresentados apenas dois trabalhos envolvendo ligas ferrosas com EMF [Nascimento, 2000b] e [Arruda, 2000].

Todos os estudos desenvolvidos até o momento, tanto em nível nacional como internacional envolvem a modificação de vários parâmetros externos (tratamento termomecânico, ensaios mecânicos, etc..) e internos (composição química, discordância, energia de defeito de empilhamento, etc...) que estão relacionados à transformação $\gamma(\text{fcc}) \leftrightarrow \epsilon(\text{hcp})$ visando um objetivo comum: melhorar o desempenho em termos de recuperação de forma.

de 75% enquanto que nas amostras com TG de 60 μ m a recuperação de forma era de, aproximadamente, 20%. O decréscimo na recuperação de forma foi atribuído à geração de discordâncias em amostras com granulometria mais grosseira [Shiming 1991].

Em 1994 Jang e colaboradores [Jang, 1994] supuseram que amostras com diferentes TG apresentariam diferentes graus de recuperação de forma, uma vez que a temperatura de início M_I da transformação $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc})$ também foi alterada. Este resultado é contrário ao de Magnus e colaboradores que, dois anos mais tarde, estudando o efeito do TG nas temperaturas de transformação chegaram à conclusão de que o TG entre 40 e 160 μ m não afetava a temperatura M_I [Magnus, 1996].

Em 1996 Otubo [Otubo, 1996] observou que para ligas Fe-Mn-Si-Cr-Ni as amostras a redução no TG resultava em um melhor desempenho em termos de recuperação de forma. Como é conhecida, a transformação martensítica nesse tipo de material ocorre devido à passagem de discordâncias parciais de Shockley a cada dois planos $\{111\}$ resultando na transformação $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc})$. O contorno de grão atua como barreira ao movimento das placas de martensita formadas durante a deformação, ou seja, as placas não ultrapassam o contorno de grão gerando uma concentração de tensão junto ao mesmo. Quanto maior for o TG, maior será concentração de tensão. Se a tensão local próxima ao contorno de grão exceder a tensão de cisalhamento crítica, as discordâncias perfeitas começam a ser geradas na fase matriz. Os resultados indicaram que amostras com maior TG apresentam uma quantidade maior de discordâncias perfeitas o que significa ter deformação plástica permanente [Shiming, 1991]. Essa condição atua como fator prejudicial ao EMF [Otubo, 1996]. Além disso, alguns autores afirmam que as regiões com maior concentração de tensão favorecem a precipitação de uma terceira fase conhecida como martensita- α' (tcc ou ccc) no interior das placas de martensita- $\epsilon(\text{hc})$ [Jang, 1995]; [Gu, 1994] e [Yang, 1999]. A fase tetragonal impede o movimento reverso das discordâncias parciais de Shockley durante o aquecimento, dificultando a recuperação de forma do material [Tomota, 1995].

Vários autores [Gu, 1994], [Yang, 1992] e [Tomota, 1995] mostraram que uma fração volumétrica de até 4% de α' não interferia no efeito de memória de forma o que está de acordo com os resultados obtidos por Otubo [Otubo, 1996 e 1999a]. No entanto duas observações importantes

foram: que a precipitação dessa fase martensítica- α' depende da temperatura de treinamento (sendo maior para treinamento a baixa temperatura) e o aparecimento da mesma em regiões de granulometria grosseira. Daí a importância da granulometria.

Recentemente, Jun e colaboradores [Jun & Choi, 1998a] estudando a variação da energia de defeito de empilhamento - EDE em função do TG para a liga Fe-17,7%Mn observaram que tanto a temperatura M_I quanto a fração volumétrica da martensita- ϵ (hc) aumentavam com o aumento do TG, enquanto que a EDE decrescia. Em contradição a esses resultados, no mesmo ano Jiang e colaboradores [Jiang, 1998] trabalhando com a liga Fe-30Mn-6Si observaram que a EDE foi influenciada pela composição da liga e outros fatores, mas não pelo TG. O mesmo comportamento ocorreu com relação à probabilidade de aparecer uma falha de empilhamento nessas ligas que apresentam baixa EDE.

Posteriormente, Ariapour e colaboradores apresentaram resultados indicando que amostras com 44 e 33 μ m de TG apresentaram 44 e 8% de recuperação de forma, respectivamente. Os autores justificaram seus resultados devido ao efeito de nitrogênio na composição da liga, sugerindo que a adição de nitrogênio aumentava a EDE o que diminuía os pontos de nucleação da martensita- ϵ (hc). A liga com TG maior continha cerca de 0,26%N enquanto que a outra continha apenas 0,01%N [Ariapour, 1999].

Novos estudos envolvendo o refinamento do grão austenítico foram realizados por Sato e Masuya [Sato, 2000] e [Masuya, 2000], os quais concluíram que o limite de escoamento diminuía com o aumento do TG, mantendo as boas propriedades de recuperação de forma.

A tabela 2.1 expõe os resultados contraditórios apresentados na literatura desde 1987 envolvendo o efeito do TG na transformação γ (cfc) \leftrightarrow ϵ (hc). A maioria dos trabalhos apresentados nesta tabela não se refere a pesquisas voltadas diretamente para analisar o efeito do TG na recuperação de forma das ligas a base de Fe, porém dizem respeito à influência do refinamento de grão em parâmetros que estão direta ou indiretamente ligadas ao EMF como, por exemplo, temperatura de reversão, limite de escoamento, EDE e fração volumétrica da martensita- ϵ .

Existem alguns trabalhos em particular na tabela 2.1 que além de supor ou afirmar que o TG influencia nas propriedades de recuperação de forma, também afirmam que o refino do TG austenítico contribui para melhorar o EMF [Otubo, 1996], [Sato, 2000] e [Masuya, 2000]. Os demais artigos apenas supõem a possível influência ou não do TG no EMF com base na alteração de outros parâmetros já citados. Também estão analisados os trabalhos que fazem referência direta ao efeito do TG nas propriedades de recuperação de forma [Murakami, 1987] e [Shiming, 1991].

A situação apresentada na tabela 2.1 levou a uma motivação ainda maior para o desenvolvimento desse trabalho. Como a produção e caracterização da liga a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-(Co) já foi explorada em trabalho anterior [Otubo, 1996], será dado aqui continuidade ao estudo iniciado na década de 90 na Unicamp para tentar comprovar as hipóteses levantadas no capítulo introdutório.

Tabela 2.1 Relação dos artigos referentes à influência do TG no EMF das ligas a base de Fe.

O refinamento do TG melhora, piora ou não afeta as propriedades de recuperação de forma?	
Referências	
[Murakami, 1987]	Não altera
[Shiming, 1991]	Melhora
[Jang, 1994]	Possivelmente melhora
[Jun, 1998]	Possivelmente altera
[Magnus, 1996]	Possivelmente não altera
[Ariapour, 1999]	Piora
[Otubo, 1996]	Possivelmente melhora
[Otubo, 1999]	Possivelmente melhora
[Sato, 2000]	Melhora
[Masuya, 2000]	Melhora

2.2 Efeito da adição de Co em ligas a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni com EMF

Em trabalhos anteriores Otubo [Otubo, 1996] havia verificado que para as mesmas condições de tratamento termomecânico a liga com adição de cobalto sempre apresentava um TG maior quando comparada ao material sem cobalto, com melhor desempenho em termos de EMF. Como o objetivo principal dessa tese é verificar a influência do TG nas propriedades de recuperação de forma e outras propriedades como limite de escoamento e fração volumétrica da martensita-e entre outras, optou-se por trabalhar com uma liga com adição de cobalto.

De acordo com Jun e colaboradores [Jun, 1998] a presença do cobalto reduz a EDE. A redução desta propriedade, em princípio, melhora o EMF, pois facilita a formação de discordâncias parciais de Shockley. Além disso, a adição do cobalto aumenta a resistência à corrosão da liga o que é importante em aplicações práticas.

Se por um lado o cobalto eleva a resistência à corrosão nas ligas Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co, por outro lado apresenta um ponto negativo apresentado por Arruda e colaboradores [Arruda, 2000]. Segundo esses autores foi observado que as ligas com adição de cobalto apresentavam uma recuperação de forma menor quando comparada às ligas sem cobalto, conclusão também obtida por Otubo [Otubo, 1996] que atribuiu esse resultado à diferença de TG. Mas, segundo Arruda e colaboradores [Arruda, 2000] isto se deve ao fato de que a presença do cobalto favoreceu a precipitação da martensita- α' (tcc) que apresenta um efeito negativo na recuperação de forma.

2.3 O efeito de memória de forma nas ligas a base de Fe

Os materiais que apresentam o EMF, também conhecidos como “*materiais inteligentes*” possuem a característica de recuperar sua forma ou estado original quando aquecidos após terem sido deformados além de seu limite elástico [Funakubo, 1987].

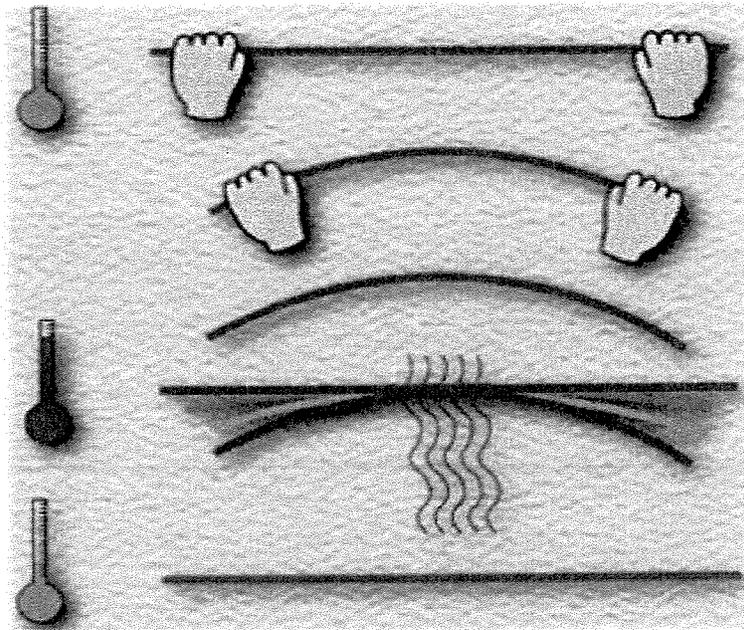


Figura 2.2 Efeito de Memória de Forma – EMF

[<http://aml.seas.ucla.edu/index/SMA/index.html>]

A figura 2.2 apresenta um desenho esquemático do EMF. A princípio a barra está em seu estado memorizado na temperatura ambiente. Após ter sido submetida a uma pequena deformação plástica, a fase martensítica é induzida em sua estrutura. Quando o material é aquecido ocorre a reversão da martensita formada durante a deformação. Com a reversão dessa fase, o material consegue recuperar a sua forma inicial.

O EMF é um fenômeno físico, cuja explicação está na transformação martensítica cristalograficamente reversível. Nas ligas a base de Fe com EMF pode ocorrer os seguintes tipos de transformações: $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc})$, $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \alpha'(\text{tcc})$, $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc}) \rightarrow \alpha'(\text{tcc})$. O produto da transformação é fortemente afetado pela composição e pelo tratamento termomecânico aplicado [Jang, 1995], [Arruda, 2000]. Em aços inoxidáveis com manganês presente na composição da liga, os três tipos de transformação podem ocorrer [Jang, 1995].

2.3.1 Transformação Martensítica

Para melhor entender o EMF são necessárias algumas informações com relação à transformação martensítica, principal responsável pela recuperação de forma.

Já é conhecido que quando uma peça de aço na condição austenítica é rapidamente resfriada para a temperatura ambiente (por exemplo, colocando-se a peça em contato com a água) a estrutura muda de austenítica para martensítica. A martensita é uma fase constituída de uma solução sólida supersaturada de carbono nos interstícios da matriz de ferro na forma tcc. A tetragonalidade é provocada pela distorção da célula unitária ccc de Fe. A temperatura na qual ocorre o início da transformação da austenita para martensita é M_I , e a temperatura de fim da transformação é M_f . A transformação da fase austenítica para a martensítica é um processo sem difusão devido ao rápido resfriamento. Portanto não ocorre nenhuma mudança na composição.

As condições necessárias para se obter uma estrutura martensítica nem sempre são baixa temperatura e resfriamento rápido. Ultimamente o estudo dessa fase tem se tornado muito mais abrangente, havendo a necessidade de uma classificação quanto aos possíveis tipos de transformação que podem ocorrer. Atualmente a transformação martensítica é classificada em dois tipos:

- a)- Transformação martensítica termoelástica
- b)- Transformação martensítica não termoelástica (Atérmica ou Isotérmica)

Na transformação *martensítica termoelástica*, o crescimento dos cristais de martensita nucleados apresenta velocidade proporcional à taxa de resfriamento. Já no caso da transformação martensítica não termoelástica, os cristais individuais de martensita crescem rapidamente para um tamanho final. Maiores informações a respeito da transformação martensítica termoelástica podem ser obtidas na tese de doutorado de Otubo [Otubo, 1996]. Neste trabalho será detalhada um pouco mais a transformação martensítica não termoelástica que ocorre nas ligas a base de Fe com EMF, [Otubo, 1996 e 1999], [Bergeon, 1998b] e [Matsumura, 2000].

A transformação *martensítica não termoelástica atérmica* é uma reação que começa na temperatura M_I e continua com o abaixamento da temperatura. Quando o resfriamento é interrompido, a reação para e se inicia novamente quando o resfriamento é reassumido. Neste caso, a quantidade transformada é uma função apenas da temperatura. Em outras palavras, isto quer dizer que para cada temperatura ocorrerá a formação de uma determinada quantidade de núcleos que crescem rapidamente para o formato final. Esse tipo de transformação é denominada de *transformação não termoelástica atérmica* e o produto da transformação de *martensita atérmica*.

Existem alguns casos em que a transformação não termoelástica ocorre acima ou abaixo da temperatura M_I e a fração volumétrica transformada torna-se dependente da temperatura e do tempo. Neste caso o tipo de transformação é conhecida como transformação *martensítica não termoelástica isotérmica* e o seu produto de *martensita isotérmica*.

A velocidade da transformação martensítica não termoelástica isotérmica no início é alta, passa por um estágio intermediário e decresce no estágio final.

Os dois tipos de transformação martensítica não termoelástica são controlados pela taxa de nucleação e não pela taxa de crescimento. A diferença está no fato de que no caso da transformação atérmica a nucleação depende somente da temperatura enquanto que a transformação isotérmica depende da temperatura e do tempo. De acordo com Bergeon e colaboradores [Bergeon, 1998b] boas propriedades de recuperação de forma são dificultadas pela transformação martensítica não termoelástica atribuída às ligas a base de Fe quando comparada a outros materiais que apresentam o EMF. Segundo Bergeon [Bergeon, 1998b] isso acontece porque o EMF é reduzido com o aumento da deformação devido a deformação plástica permanente que ocorre e também devido a baixa reversibilidade da martensita- ϵ . Segundo Otubo [Otubo, 1996] esse tipo de transformação apresenta uma grande histerese o que leva a uma grande variação estrutural e volumétrica tendo como consequência a deformação plástica na matriz, bloqueando a interface austenita-martensita. No caso da transformação martensítica termoelástica essa variação estrutural é pequena e a interface das duas fases é coerente, o que facilita a movimentação da mesma.

2.3.2. Cristalografia da transformação martensítica

A seqüência de empilhamento atômico para a fase cfc é **ABCABCAB....** e para a fase hc é **ABABABA....** Segundo estudos realizados as falhas de empilhamento, são um dos principais defeitos na estrutura cfc e são os embriões para a formação da fase martensítica hc, ou seja, as sobreposições das falhas de empilhamento formam um volume de hc enquanto que a reversão ocorre pelo movimento contrário das discordâncias parciais de Shockley, [Huijun, 1999], [Kajiwara, 1999].

A figura 2.3 apresenta um esquema da seqüência de empilhamento para as estruturas cúbica e hexagonal. Supondo que ocorra uma transformação parcial, existe uma relação de orientação entre a fase cfc e a fase hc: $\{111\}_{cfc} // \{0001\}_{hc}$, $\langle 110 \rangle_{cfc} // \langle \bar{1} 2 \bar{1} 0 \rangle$ como mostra a figura 2.4.

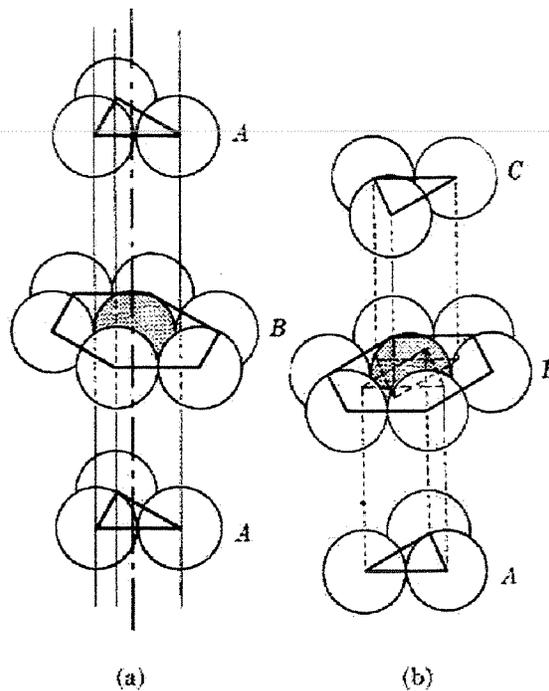


Figura 2.3 Seqüências de empilhamento atômico. a) estrutura hc com superposição de planos cristalinos (0001) alternados na direção [0001]. c) estrutura cfc com superposição de cada terceiro plano cristalino (111) na direção [111], [Van Vlack, 1970].

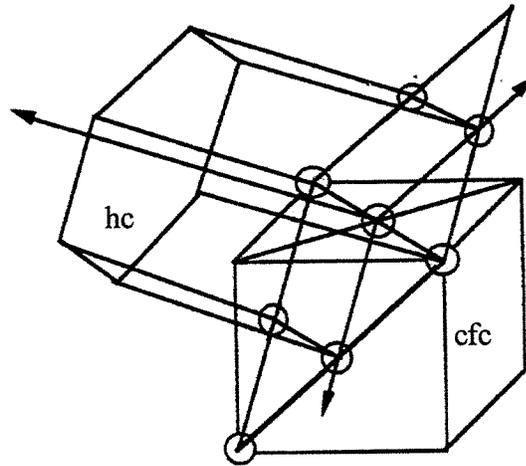


Figura 2.4 Relação de orientação entre as fases ϵ -(hc) e γ -(cfc), [Huijun, 1999].

Existem três possíveis direções de cisalhamento: $1/6[\bar{1}12]$, $1/6[\bar{1}2\bar{1}]$ e $1/6[2\bar{1}\bar{1}]$. Quando uma discordância se move em uma dessas direções de cisalhamento, uma falha é criada, gerando um embrião de estrutura hc [Kajiwara, 1999].

Mas como isso realmente acontece? Como é possível gerar uma estrutura hc a partir da cfc e depois reverte-la?

Para responder a estas questões, existem alguns mecanismos propostos na literatura. Uma das primeiras teorias surgiu na década de 50, onde Seeger [Seeger, 1953] propôs o “Mecanismo de Pólo”. Esta teoria foi apontada em alguns trabalhos como sendo o principal mecanismo para a formação da martensita induzida mecanicamente [Bergeon, 1998] e citado em outros trabalhos como sendo um dos possíveis mecanismos de formação da fase hc [Otubo, 1996]. Conforme esquematizado na figura 2.5 esta teoria supõe que no plano $(111)_{\gamma(cfc)}$ existe uma discordância perfeita que se dissocia em duas discordâncias parciais α e β formando um nó interceptando as discordâncias perfeitas γ (discordância de pólo) e δ . Supondo que discordância α (discordância de varredura) gire no sentido horário em torno de γ , tem-se um deslocamento no sentido positivo de α , o que equivale a dizer que a discordância parcial se deslocou duas escalas atômicas. Se essa condição for repetida várias vezes, a parte superior do plano (111) será transformada em uma estrutura hc.

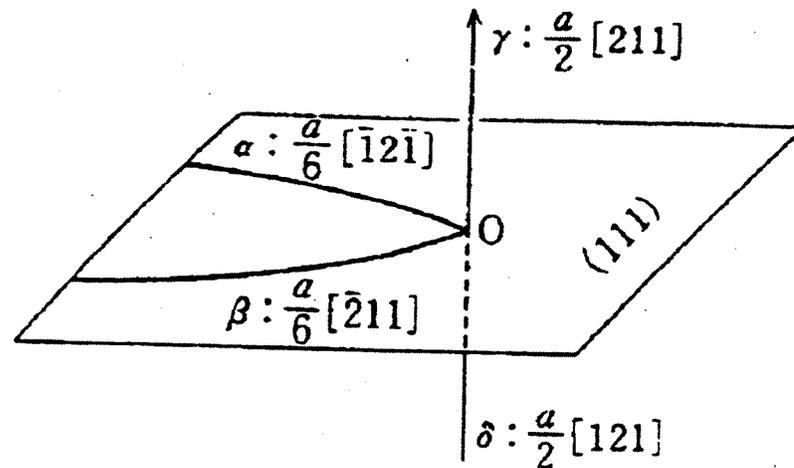


Figura 2.5 Mecanismo de Pólo segundo Seeger para a transformação cfc→hc. Desenho extraído da referência [Seeger, 1953].

Porém alguns autores afirmam que esta teoria não é suficiente para explicar a transformação. Recentemente em uma revisão Kajiwara [Kajiwara, 1999] concluiu que o mecanismo de pólo não é apropriado para explicar a transformação cfc→hc nas ligas à base de Fe-Mn-Si com EMF. Segundo o autor, outros mecanismos apresentados na literatura também não são apropriados porque tais mecanismos assumiriam uma interação entre falhas de empilhamento em diferentes planos $\{111\}$ para formar a fase hc. Em trabalhos anteriores, Kajiwara e colaboradores mostraram que em ligas a base de Fe-Mn-Si as placas de martensita são formadas somente nos planos primários de escorregamento após o tratamento termomecânico [Kajiwara, 1999] e [Kikuchi, 1995].

Com isto Kajiwara [Kajiwara, 1999] propôs um novo mecanismo para a formação da martensita hc, onde, a princípio, ele supõe que a EDE na estrutura cfc seja muito baixa, principalmente próximo à temperatura M_f . Supondo que a amostra seja submetida a um tratamento termomecânico, a primeira placa de martensita hc seria formada a partir das falhas de empilhamento pré-existentes na estrutura cfc. Para que isso aconteça seria necessário um tratamento termomecânico especial que produziria pequenas placas de martensita hc (escala de nm) distribuídas por toda a fase matriz. A transformação martensítica ocorreria a partir dessas martensitas pré-existentes com aplicação da tensão mecânica.

2.4 Ensaios utilizados para induzir a martensita- ϵ mecanicamente

Desde que o interesse por ligas inoxidáveis com EMF aumentou, novas técnicas de análises têm sido utilizadas para melhor explicar os mecanismos e alterações provocadas pelo tratamento termomecânico.

Já é conhecido da literatura que a recuperação de forma aumenta com o treinamento, (repetição de vários ciclos de deformação seguidos de aquecimento). Os ensaios mais utilizados para induzir a martensita durante os ciclos de deformação são:

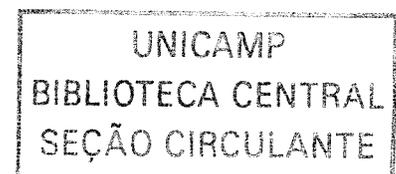
- dobramento [Otubo, 1994];
- tração [Ohtsuka, 1994], [Bergeon, 1997], [Jiang, 1998], [Zhang, 1998], [Otubo, 1996 e 1999a] [Matsumura, 2000];
- compressão [Jang, 1995], [Ariapour, 1999], [Nascimento, 2000a-b e 2001b].

Qualquer um desses ensaios pode avaliar a recuperação de forma, porém cada ensaio tem suas vantagens e desvantagens.

No ensaio de tração as medidas das dimensões são facilitadas e mais precisas uma vez que extensômetros podem ser acoplados aos corpos de prova. Além disso, a deformação é mais homogênea. Porém, o número de corpos de prova é menor, uma vez que a quantidade de material necessária é maior para a realização dos ensaios.

Existem alguns trabalhos que utilizam o ensaio de compressão para analisar o grau de recuperação de forma. Uma das vantagens é a necessidade de uma menor quantidade de material para a preparação dos corpos de prova quando comparada com o ensaio de tração. As desvantagens de se utilizar o ensaio de compressão seriam:

- a) deformação não uniforme ao longo do corpo de prova, necessidade do uso de lubrificantes e possibilidade de flambagem do corpo de prova;



b) dificuldade na determinação do limite de escoamento porque a curva força (N) versus deformação (mm) obtida durante o ensaio não apresenta regiões bem distintas como acontece no ensaio de tração. Recentemente Bundara e colaboradores [Bundara, 2000] apresentaram um estudo para se estimar de uma maneira indireta o limite de escoamento a partir da curva obtida no ensaio de compressão.

2.5 Fração volumétrica da martensita- ϵ (hc)

Uma vez escolhido o método para se induzir a fase hc durante o treinamento, faz-se necessário um acompanhamento do quanto de martensita é induzida durante os ciclos de deformação. Existem várias técnicas para isso. Uma delas é a análise metalográfica. Porém esta técnica nem sempre gera bons resultados porque as fases formadas nem sempre são bem reveladas. Outra limitação apresentada nas ligas desse trabalho é a de que para baixas frações volumétricas, este método torna-se impreciso. Jang e colaboradores [Jang, 1995] fizeram uso de microscopia óptica para avaliar a evolução da fase hc em função da deformação, porém não foi estimada a fração volumétrica da martensita induzida.

Uma outra alternativa também utilizada diz respeito ao uso do “Método Rietveld”, que é um processo de identificação de até sete fases a partir do espectro de difração de raios X. Porém para este método ser aplicado é necessário conhecer as posições atômicas das fases formadas após o tratamento a que as amostras são submetidas. No caso das ligas inoxidáveis com EMF, as martensitas ϵ (hc) e α' (tcc) não apresentam uma posição definida dos átomos que se compare às fases formadas por outros materiais cujos dados encontram-se tabelados. Os tipos de estruturas formadas podem ser encontradas em qualquer Handbook específico da área raios X [Mirkin, 1964]. É o caso de um material que apresenta uma fase do tipo Cr_2Ni . Essa fase corresponde ao tipo de estrutura $\text{D}_{4-14_1}^{10}2$ tabelada em Handbooks. A partir dessa estrutura, encontram-se todas as posições (x, y, z) para todos os átomos [Mirkin, 1964]. A posição dos átomos é importante porque é um dos parâmetros de entrada para a utilização Método Rietveld. Não existe nenhum artigo na literatura que apresente o tipo de fase formada pelas martensitas α' e ϵ .

Devido ao exposto acima, a aplicação do Método Rietveld torna-se inviável, fazendo com que a maioria das análises quantitativas sejam feitas de uma maneira indireta utilizando-se a difração de

raios X. Existem muitos trabalhos [Cullity, 1978], [Otubo, 1996], [Jun, 1998a-b], [Gauzzi, 1999], [Otubo, 1999a] que fazem uma estimativa das fases formadas após o tratamento termomecânico utilizando dados de difração de raios X através do “Método da Comparação Direta”, que relaciona a intensidade integrada dos picos de difração para cada fase e a concentração desta (maiores detalhes estão apresentados no Apêndice I deste trabalho). Para este objetivo as radiações mais utilizadas para o sistema Fe-Mn-Si são as radiações de Cu [Jiang, 1998], [Tavares, 2000], [Arruda, 1999-2000]; Cr [Gauzzi, 1999] e Mo [Gauzzi, 1999], [Zhang, 1999].

Utilizando difração de raios X várias conclusões com relação à análise quantitativa das fases induzidas após os ciclos de deformação podem ser obtidas. O que a literatura apresenta são resultados sobre a variação da fração volumétrica da martensita- ϵ em função de:

- grau de deformação [Jang, 1995], [Jee, 1995], [Ariapour, 1999], [Zhang, 1999], [Gauzzi, 1999], [Arruda, 1999];
- número de ciclos de treinamento [Otubo, 1999a], [Nascimento, 2001b];
- composição química [Jun 1998b];
- tamanho de grão [Jun, 1998a], [Nascimento, 2001b].

Existem poucos artigos que relacionam a variação da fração volumétrica da martensita- ϵ em função do TG. Alguns resultados apresentados por Jun e colaboradores [Jun, 1998a] são contrários a uma das hipóteses iniciais apresentadas no capítulo 1, pois afirmam que a quantidade de martensita- ϵ aumentaria com o aumento do TG para o sistema Fe-Mn.

2.6 Aplicações práticas

Quando um novo material é descoberto, é natural que se tenha uma grande expectativa com relação às novas aplicações práticas nas mais diversas áreas possíveis. O avanço tecnológico para as ligas com EMF, começou com as ligas de Ni-Ti, na década de 70 [Jackson, 1972]. Inicialmente as aplicações eram mais voltadas para o acoplamento de tubos hidráulicos de aviões, navios e submarinos. Já na área industrial o acoplamento de tubos sem solda foi muito importante para os setores naval e nuclear. Mas as grandes aplicações tecnológicas atualmente para as ligas de Ni-Ti

situam-se nas áreas médica e odontológica [Melzer, 1994], [Starokha, 1994]. Segundo Stalmans e Humbeeck as ligas com EMF são materiais funcionais, estando classificados em quatro categorias: recuperação livre, recuperação vinculada, pseudoelasticidade, capacidade de amortecimento e atuadores. Essas categorias estão diretamente ligadas com as aplicações práticas [Stalmans, 1998].

Tabela. 2.2 Categorias dos materiais com EMF

Categorias	Características
<p>1. Recuperação Livre</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ <u>EMF unidirecional</u> ▪ <u>EMF bidirecional</u> 	<p>Após a recuperação de forma, o posterior resfriamento não traz o material ao estado deformado. Isto somente é obtido com o início de um novo ciclo.</p> <p>Se uma carga externa for aplicada a cada ciclo, o EMF é bidirecional.</p>
<p>2. Recuperação Vinculada</p>	<p>Neste caso, o espécime é impedido de recuperar sua forma, sendo necessário uma tensão superior a 800MPa.</p>
<p>3. Pseudoelasticidade</p>	<p>Está relacionada com a capacidade que os materiais possuem em recuperar sua forma original após terem sido deformados muito além de seu limite elástico. Deformação elástica reversível não linear.</p>
<p>4. Atuadores</p>	<p>Ocorre um movimento resultante da força externa aplicada, o que leva a realização de trabalho mecânico. Podem ser ativados por aquecimento resistivo ou por mudança de temperatura ambiente.</p>

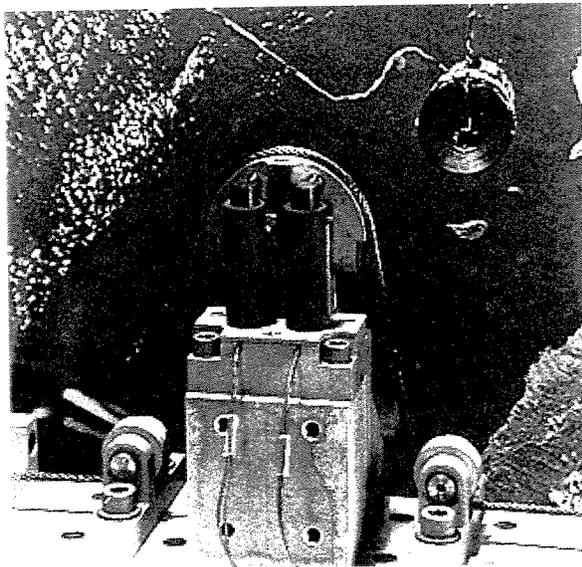
Segundo Otubo [Otubo, 1996] existem poucas aplicações utilizando a recuperação livre, porque as ligas operam com cargas resistivas, mas uma aplicação bastante famosa, é na confecção de hastes para óculos utilizando a liga Ni-Ti, que apresenta a vantagem de apresentar baixa tensão mecânica.

Como apresentado na tabela 2.2 a recuperação vinculada está associada a aplicações nas quais o elemento é impedido de recuperar sua forma ou estado original. As aplicações estão voltadas para acoplamento de tubos e conectores elétricos [Melton, 1990], [Borden, 1991].

A pseudoelasticidade apresenta aplicações na medicina e odontologia. Segundo estudos realizados o fenômeno da pseudoelasticidade pode ser utilizado na ortodontia para correção da arcada dentária, guia-fio para cateteres, implantes para correção da escoliose, dentre outros [Otubo, 1996 e 1999b].

Os atuadores possuem diversificadas aplicações uma vez que o trabalho mecânico pode ser realizado quando da recuperação do elemento. São muito utilizados como micromanipuladores (fabricados com fios de NiTi), dispositivos para proteção contra incêndio, etc...

As figuras a seguir apresentam alguns exemplos de aplicações práticas envolvendo as ligas com EMF. A figura 2.6 apresenta uma aplicação na área espacial bastante recente nos dias de hoje.



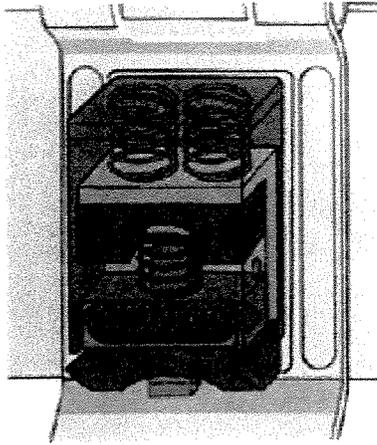
Em abril de 1990 quando o telescópio espacial Hubble foi lançado ao espaço seus painéis solares foram fechados antes do lançamento e abertos na posição calculada após o lançamento. O sistema de abertura dos painéis foi feito utilizando um dispositivo com a liga NiTi com EMF que recuperando sua forma original a temperatura de 115°C liberou os painéis solares.

Figura 2.6 Aplicação de ligas com EMF na área espacial.

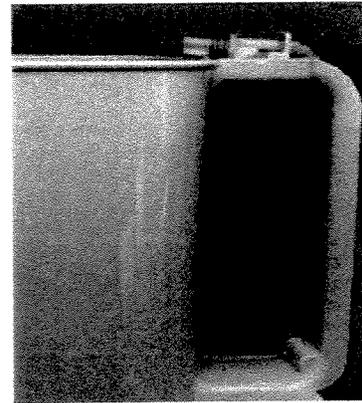
[<http://www.amtbe.com/useof/actuators10.gif>]

Outras aplicações muito interessantes são encontradas na medicina e até mesmo em nosso dia a dia. Na figura 2.7 são apresentados dois exemplos bem atuais. O sistema apresentado na figura 2.7a se refere ao uso de ligas com EMF em um recipiente para esterilizar materiais de uso médico. Neste sistema, o equipamento é fechado sendo somente aberto quando a mola com EMF recupera

sua forma em temperaturas mais elevadas, indicando que a esterilização foi efetuada. A figura 2.7b apresenta uma aplicação doméstica para o material com EMF. Trata-se de uma chaleira, onde uma mola com EMF é colocada no trajeto do vapor de água. Quando a água começa a ferver, esta mola é ativada, desligando a corrente elétrica, um mecanismo adequado conecta a mola com EMF aos interruptores elétricos.



a)- Molas com EFM adaptadas a sistemas para esterilizar material cirúrgico



b) Mola com EMF adaptada a uma chaleira

Figura 2.7 EMF- aplicações práticas, [<http://www.amtbe.com/useof/actuators4.gif>]

Uma aplicação prática para essas ligas com EMF diz respeito ao uso para sistemas de segurança contra incêndio (figura 2.8). O material com EMF consiste de uma pequena tira onde uma pequena mola de aço inoxidável é presa. Na temperatura ambiente a tira com EMF prende o sistema de segurança (por exemplo, uma porta). No caso de um incêndio a elevada temperatura faz com que a tira com EMF recupere sua forma memorizada e puxa a mola para trás, destravando a porta. A porta se trava novamente quando a mola com EMF for refrigerada.

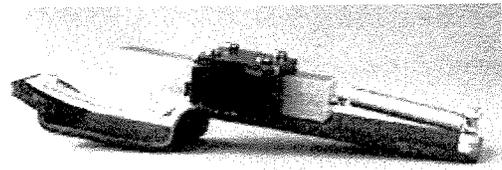
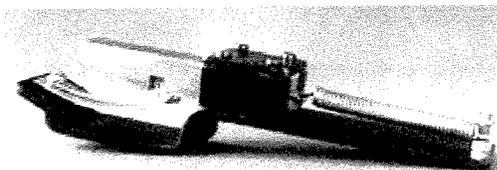
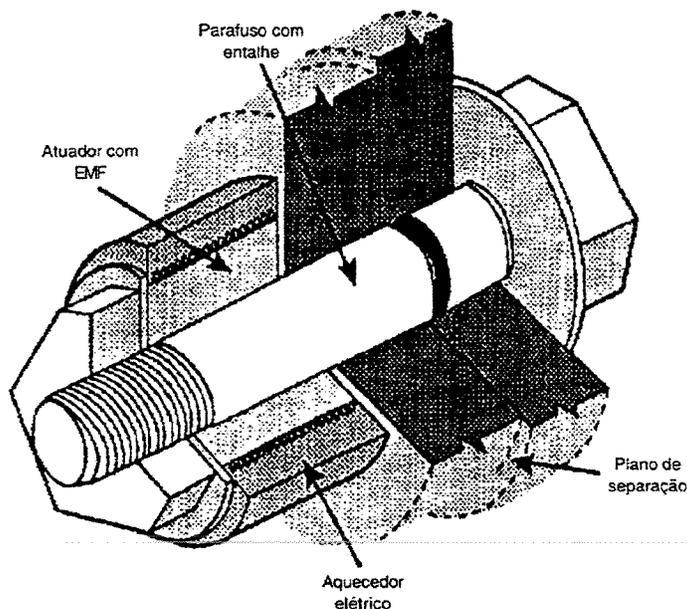


Figura 2.8 Aplicação das ligas com EMF, atuadores. [<http://www.amtbe.com/useof/actuators8.gif>]

Assim como estes exemplos existem muitos outros, onde as ligas com EMF podem ser aplicadas. Tudo vai depender da composição da liga, das características particulares de cada composição e de como o material irá atuar (recuperação livre, vinculada, atuador ou pseudoelasticidade).



A figura 2.9 apresenta um desenho esquemático de um dispositivo para a liberação de painéis solares de satélites. A abertura dos painéis ocorre quando o satélite está em órbita. Geralmente esta abertura tem sido feita por explosivos, que são os métodos convencionais.

Figura 2.9 Dispositivo para liberação do painel solar atuado por uma bucha com EMF [Busch, 1994].

O dispositivo é constituído por um parafuso entalhado sobre o qual são montadas duas placas de modo que uma fique presa ao corpo do satélite e a outra ao painel. Sobre o parafuso é montada uma bucha cilíndrica confeccionada com uma liga com EMF no estado comprimido. Um aquecedor elétrico envolve a bucha. O conjunto é preso por uma porca e uma vez em órbita, o dispositivo de aquecimento é acionado. A bucha expande (estado memorizado) rompendo o parafuso na região entalhada e liberando assim o painel solar.

As ligas inoxidáveis com EMF poderão ser utilizadas na área espacial. Segundo Otubo e colaboradores [Otubo, 1997] existe uma grande possibilidade de se utilizar ligas à base de Fe em dispositivos para liberação de painéis solares de satélites porque para este tipo aplicação seria necessária uma recuperação de forma da ordem de 3%. As ligas desenvolvidas na Unicamp têm

demonstrado apresentar excelentes resultados de recuperação de forma, sendo, portanto sérias candidatas para esta aplicação.

Visando colocar as ligas inoxidáveis com EMF no mercado em busca de uma aplicação prática, foi finalizado um projeto conjunto entre o Instituto de Pesquisas em Energia Nuclear (IPEN), Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) e Unicamp com o objetivo de desenvolver este dispositivo para satélites nacionais utilizando ligas à base de Fe com EMF, [Otubo, 1999].

CAPÍTULO 3

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 Material

Para a realização desse trabalho foram utilizadas duas composições da liga inoxidável Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com EMF, tabela 3.1. Como pode ser observada na tabela 3.1 a principal diferença entre as ligas está no teor de C. Optou-se em trabalhar com esta diferença de composição para verificar a possível formação de carbonetos e o efeito da composição química no diâmetro médio de tamanho de grão austenítico.

Tabela 3.1 Composição química (% em peso).

Liga	C	Si	Mn	P	S	Co	Cr	Ni	Mo	Cu	O* ₂	N* ₂
A	0,044	5,11	7,79	0,003	0,007	11,85	13,02	5,74	0,01	0,31	74	75
B	0,009	5,25	8,26	0,002	0,006	11,84	12,81	5,81	0,001	0,16	50	52

Ambas as ligas obtidas a partir da matéria prima virgem, foram elaboradas por Otubo e colaboradores [Otubo, 1994a e 1996] em um forno de indução a vácuo na Villares Metals.

* teor em ppm

A composição química está apresentada na tabela 3.1. Maiores informações com relação à elaboração e caracterização das ligas podem ser encontradas na tese de doutorado de Otubo [Otubo, 1996].

3.2 Procedimento para obtenção das amostras – ciclos de treinamento

3.2.1 Liga A

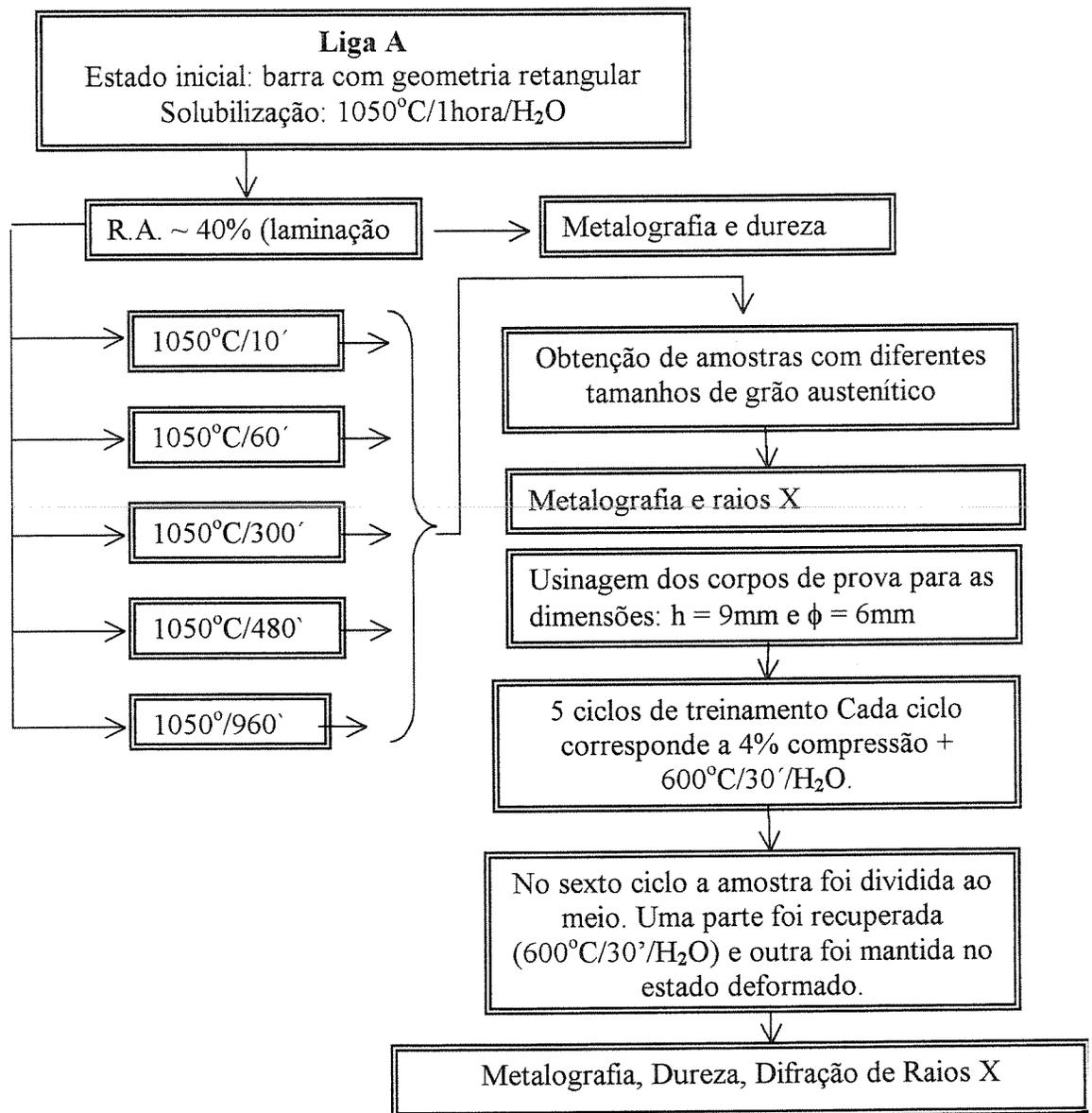


Figura 3.1 Diagrama esquemático do procedimento experimental referente a liga A para obter amostras com diferentes tamanhos de grão – preparação das amostras para os ciclos de treinamento.

O diagrama apresentado na figura 3.1 apresenta em forma esquemática o procedimento adotado para obter amostras com diferentes tamanhos de grão para ser posteriormente submetidas aos ciclos de treinamento.

Após as etapas de solubilização e laminação a frio (40%R.A.), a barra foi dividida em várias partes, sendo que cada uma foi tratada a uma temperatura de 1050°C em diferentes tempos, conforme figura 3.1. O objetivo dessa etapa de tratamento térmico consiste em obter amostras com diferentes tamanhos de grão austenítico.

A figura 3.2 apresenta a microestrutura com 40% de redução de área (liga A). Observa-se estrutura com grãos austeníticos totalmente deformados na direção da laminação.

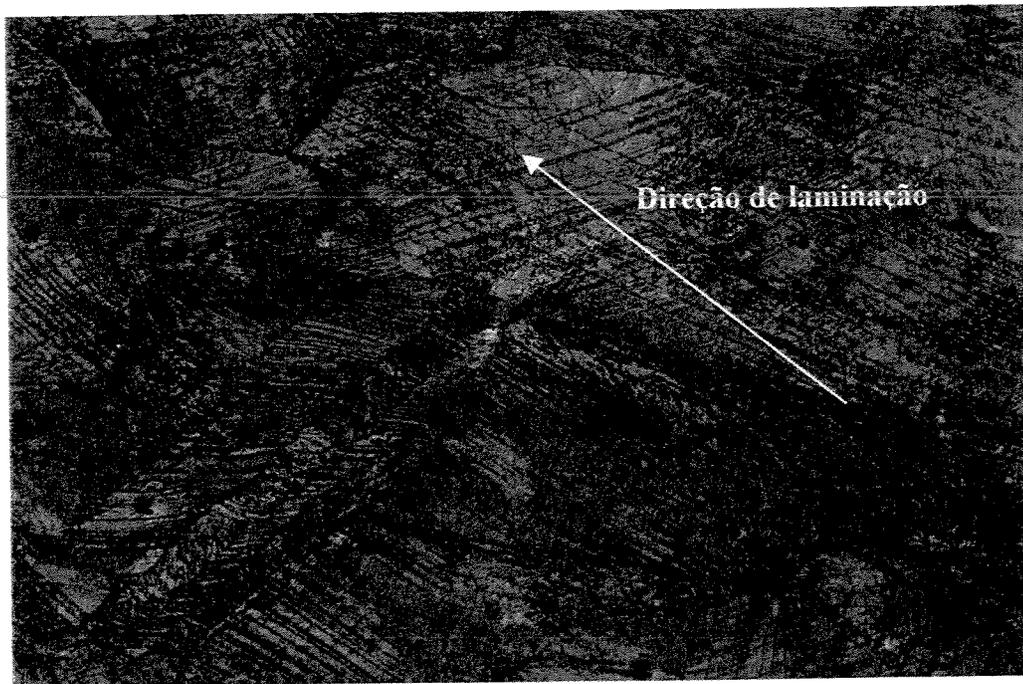


Figura 3.2 Micrografia ótica da liga A após 40% de redução de área. Aumento, 400X, Reagente: 10ml H₂O + 15ml HCl + 15g K₂S₂O₅ + 5g NH₄HF₂ + 10g Na₂S₂O₅.

Seguindo a seqüência apresentada na figura 3.1 após o tratamento térmico, cada amostra foi submetida à difração de raios X (identificação das fases presentes) e metalografia ótica (estimar o diâmetro médio do grão).

As dimensões finais (altura de 9mm e diâmetro de 6mm) dos corpos de prova, para os futuros ensaios de compressão, foram obtidos por meio de usinagem.

O treinamento consistiu em 5 ciclos completos de deformação e aquecimento. Cada ciclo completo corresponde a 4% de deformação por compressão (indução da martensita- ϵ) seguido de aquecimento a 600°C por 30 minutos com posterior resfriamento em água (recuperação de forma). Para a liga A (figura 3.1) no sexto ciclo cada amostra foi dividida ao meio. Uma metade da amostra foi mantida no estado deformado e a outra foi recuperada. Finalmente novas etapas de análise de difração de raios X e metalografia foram realizados com o objetivo de quantificar as fases formadas no estado deformado e recuperado no último ciclo de treinamento.

3.2.2 Liga B

A preparação da liga B iniciou-se com o lingote no estado bruto de fusão (figuras 3.3. e 3.4a). O lingote foi mantido a uma temperatura de 1150°C por meia hora antes das etapas de laminação a quente, cujo objetivo foi obter as dimensões desejadas para os futuros ensaios de compressão. Foram realizadas metalografia da base superior (cabeça), base inferior (pé) e meio do lingote.

Seguido de laminação a quente (1050°C) foram obtidas barras cilíndricas (diâmetro de 9,6mm) que foram submetidas a 40% de redução de área e novamente solubilizadas. O posterior forjamento a frio resultou em barras cilíndricas com dimensões de 300mm de comprimento por 7,4mm de diâmetro. De acordo com o diagrama 3.3, as amostras foram tratadas a 1050°C em diferentes tempos (10, 60 e 480 minutos), com o objetivo de se obter amostras com diferentes tamanhos de grão. Sequencialmente as amostras foram submetidas à análise metalográfica (figura 3.4b) e difração de raios X (esquema da figura 3.3). Com a usinagem, os corpos de prova foram reduzidos para 6mm de diâmetro e 9mm de altura. A partir desses pontos todas as amostras foram submetidas a ciclos de treinamento, semelhante a liga A, porém para esta liga as análises de metalografia e difração de raios X foram realizadas para todos os ciclos, o que diferente da liga A, cuja análise foi realizada somente no último ciclo de treinamento. Os detalhes com relação aos ciclos de treinamento para ambas as ligas, estão apresentados no tópico referente ao ensaio de compressão.

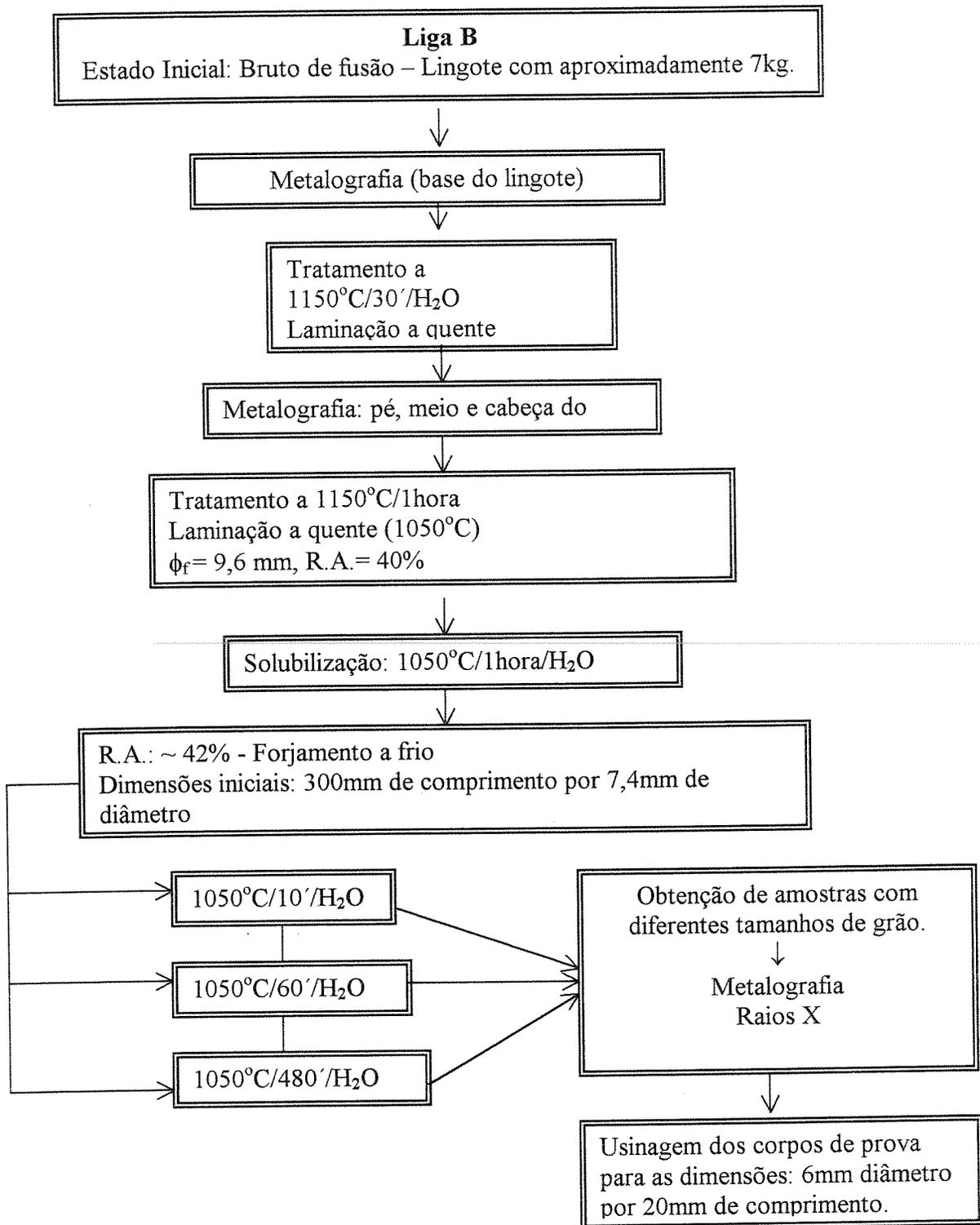
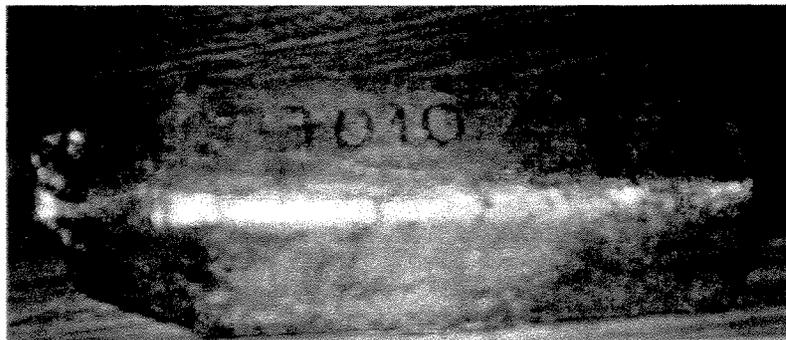
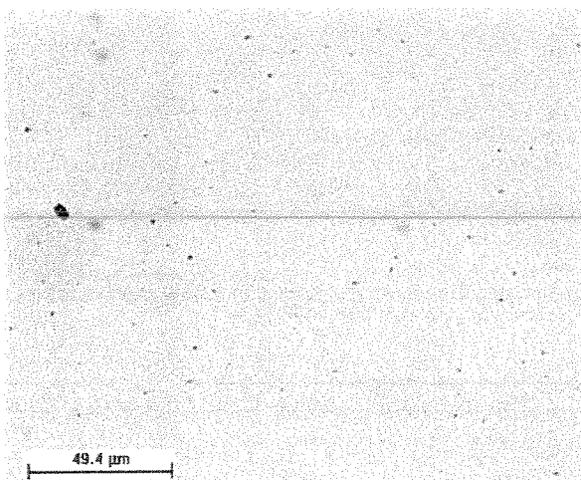


Figura 3.3 Desenho esquemático do procedimento experimental da liga B para obter amostras com diferentes tamanhos de grão - preparação das amostras para os ciclos de treinamento.

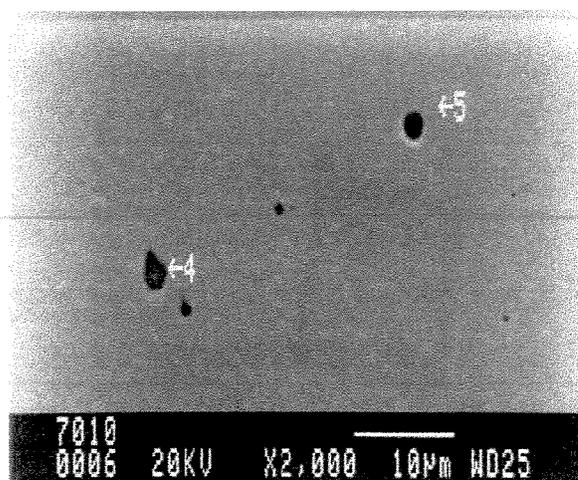
Conforme o desenho esquemático apresentado na figura 3.3, o estudo da liga B iniciou-se a partir da análise metalográfica do lingote no estado bruto de fusão (BF) de dimensões 60 x 60mm² no pé, 70 x 70mm² na cabeça e altura de 180mm , figura 3.4a.



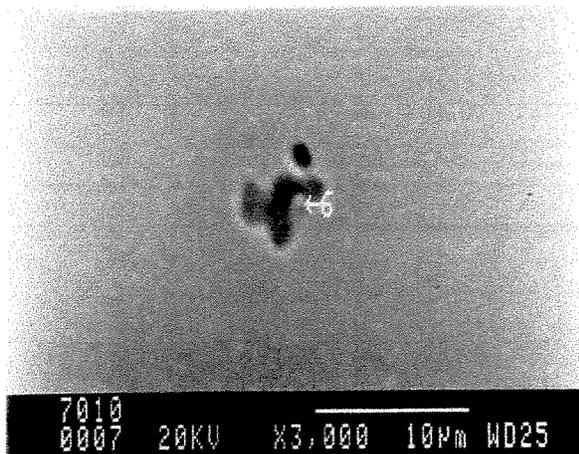
a) Lingote no estado bruto de fusão



b)- Micrografia ótica



c)- MEV-tamanho das inclusões



d)- MEV- geometria irregular das inclusões

Figura 3.4 Estado bruto de fusão - liga B.

As análises de microscopia ótica de amostras retiradas do pé do lingote revelaram que a liga B, no estado BF, apresentava várias inclusões distribuídas por toda a superfície, figura 3.4b. Devido à grande quantidade de inclusões observadas, o material foi submetido a uma análise utilizando MEV (figuras 3.4c-d). Os resultados indicaram a presença de inclusões de alumina, o que leva a supor uma provável contaminação do cadinho durante a solidificação do lingote.

As inclusões apresentavam-se com diâmetros entre 2,5 e 5 μ m (figura 3.4c). Inclusões com geometria irregular em algumas regiões também foram observadas, figura 3.4d. Esta análise foi necessária, pois o número considerável de inclusões veio a comprometer as análises de microscopia ótica após o tratamento termomecânico.

3.3. Técnicas utilizadas

3.3.1 Conformação mecânica

A conformação mecânica fez-se necessária para adaptar o material às dimensões adequadas para o refino da microestrutura e também para os futuros ensaios de compressão. Neste caso foram utilizados laminação a quente com o objetivo de obter uma geometria cilíndrica do material e forjamento a frio para diferentes reduções de área, RA.

Liga A

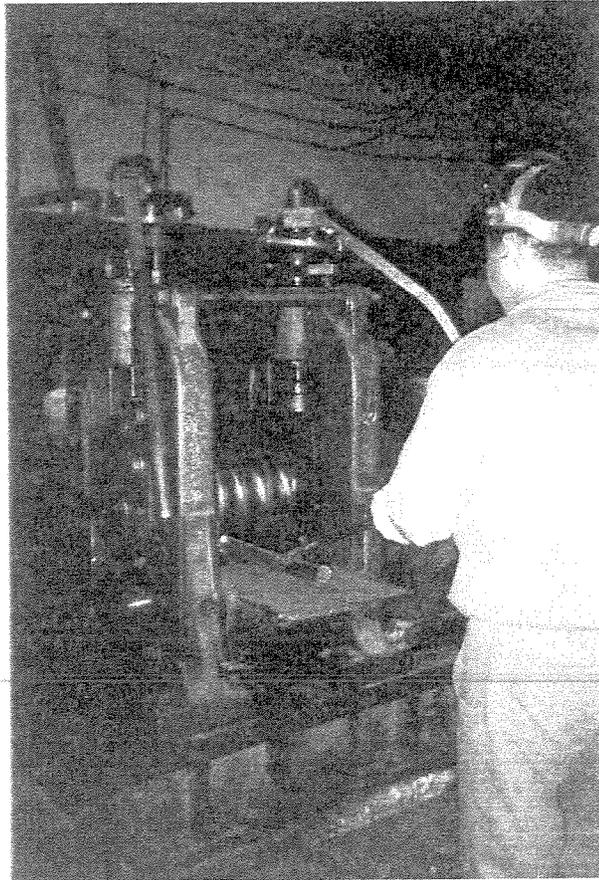
A conformação mecânica da liga A (geometria retangular: 17mm de espessura por 19mm de largura) iniciou com a laminação a frio, correspondendo a aproximadamente 40% de redução na área realizada no laboratório do DEMA/FE/UNICAMP, figura 3.4b. A espessura após a laminação foi de 10mm. Após esta etapa foram preparados as amostras com diâmetro de 7mm na forja rotativa. Nesta etapa as amostras foram submetidas a tratamento térmico. Após a usinagem o diâmetro foi reduzido para 6mm (diâmetro utilizado para os ensaios de compressão).

Liga B

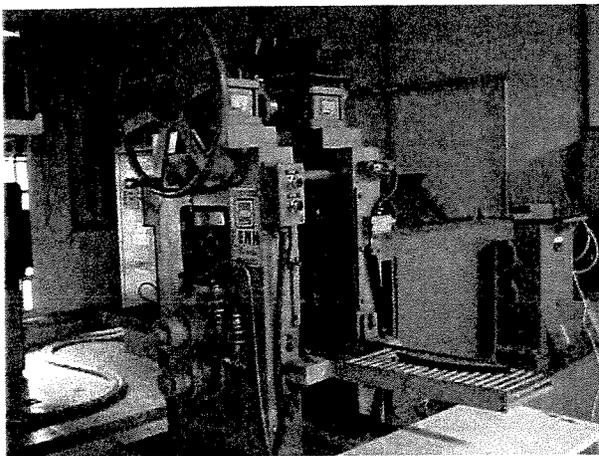
O lingote foi pré-aquecido em forno a temperatura de 1150°C durante 30 minutos antes das etapas de laminação a quente. Uma parte da laminação foi realizada na Multi Alloy – SP, figura 3.5a, devido à geometria do lingote da liga B, cujas dimensões eram: 50 x 50mm na base, e 60 x 60mm no topo. Após as etapas de laminação o material ficou com geometria cilíndrica com 20mm de diâmetro. A segunda etapa foi realizada no Laboratório de Fusão de Feixe de Elétrons LFFE e Tratamento Termomecânico TT (DEMA/FEM/UNICAMP) utilizando um laminador marca FENN, com carga máxima de 50t, 25HP. Novamente as barras foram aquecidas a 1150°C durante 1 hora antes da laminação, figura 3.5b. Ao final da laminação a quente o material apresentou um diâmetro de aproximadamente 9,6mm. Durante a laminação, teve-se o cuidado de manter o material a temperatura acima de 1000°C, retornando as barras ao forno sempre que necessário. Durante todo o processo de laminação, as barras foram submetidas a cinco passes em cada canal do laminador. Depois da laminação as barras foram solubilizadas a 1050°C por 1 hora e resfriadas em água.

Posteriormente, o material foi submetido à, aproximadamente, 40% de R.A. por meio de forjamento rotativo a frio, ficando com diâmetro de 7,04mm. A redução de diâmetro de 9,60mm para 7,04mm não foi obtida de uma única vez. Para tanto foi necessária a utilização dos seguintes passes de forjamento: 8,98 – 7,63 – 7,04mm. A figura 3.5c mostra a forja rotativa utilizada. Com a usinagem o diâmetro foi reduzido para 6mm. A partir desse ponto iniciou-se a etapa de tratamento térmico e a preparação dos corpos de provas para os ensaios de compressão que será detalhada posteriormente.

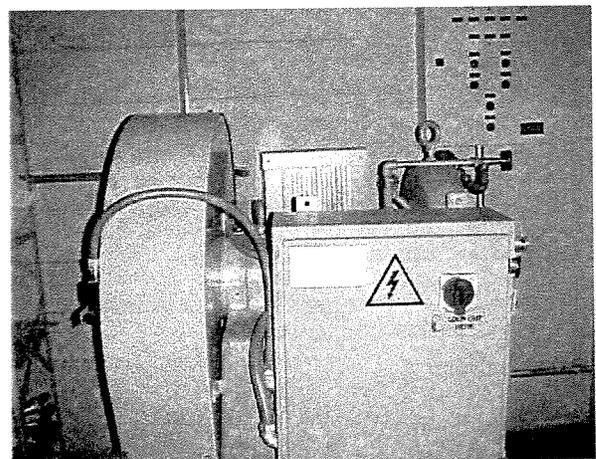
A figura 3.5a mostra a liga A durante uma das etapas de laminação a quente passando em um dos primeiros canais do laminador. Nas figuras 3.5b e 3.5c são apresentados o laminador e a forja rotativa (vista lateral) que foram utilizados para as reduções finais do material.



a)- Laminação a quente – Multialloy



b)- Laminador (DEMA/FEM/UNICAMP)



c)-Forja rotativa(DEMA/FEM/UNICAMP)

Figura 3.5 Laminador e forja rotativa utilizados para conformação mecânica.

3.3.2 Tratamento térmico

Para analisar o efeito do TG na transformação da austenita em martensita-ε e sua reversão, as ligas A e B (tabela 3.1) sofreram redução de área de aproximadamente 40%, foram submetidas a tratamento térmico a 1050°C com tempos variando entre 10 e 960 minutos. Todo o tratamento térmico foi realizado no forno tipo mufla, figura 3.6.

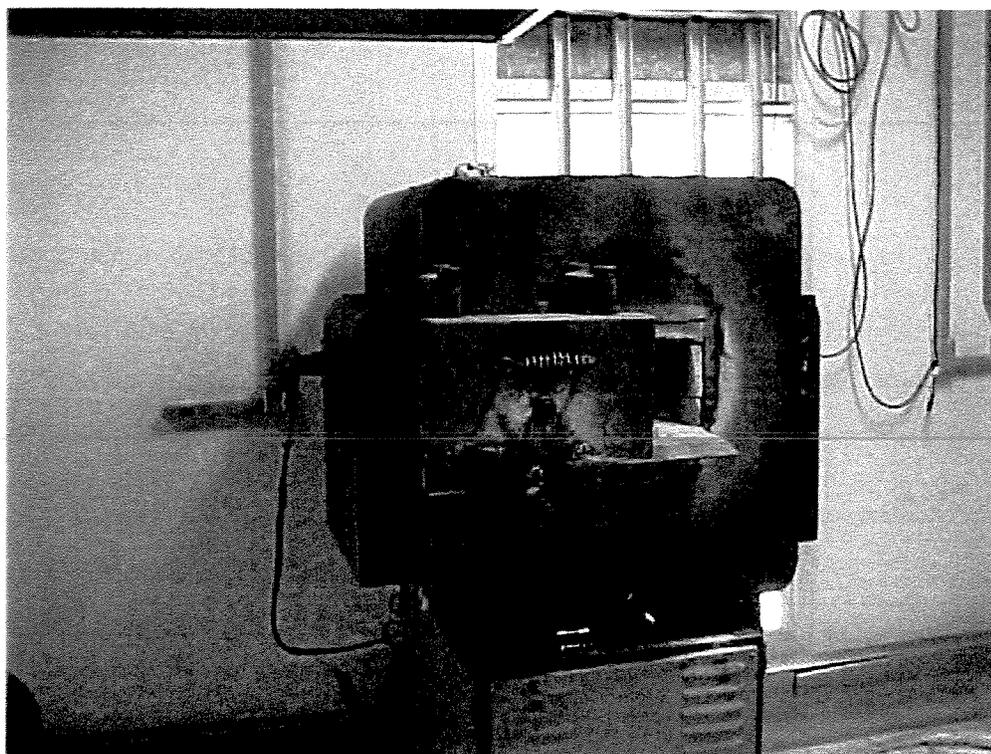


Figura 3.6 Forno tipo mufla utilizado para aquecimento das barras para laminação a quente e posteriores tratamentos térmicos. DEMA/FEM/UNICAMP.

As variações do TG em função do tempo de tratamento térmico para ambas as ligas estão apresentadas na tabela 3.2 e na figura 3.7. Na tabela 3.2 está apresentado o diâmetro médio do grão austenítico D (μm) estimado utilizando o método da intersecção linear e também o número do tamanho de grão ASTM correspondente (tabela apresentada no Anexo I).

Tabela 3.2 Diâmetro médio do grão austenítico para as ligas A e B.

LIGA A		LIGA B		TEMPO DE TRATAMENTO TÉRMICO 1050°C (MINUTOS)
D (µm)	ASTM ¹	D (µm)	ASTM	
35 +/- 5	7	75 +/- 13	4	10
48 +/- 10	6	106 +/- 17	3,5	60
65 +/- 15	5	-	-	300
71 +/- 6	4,5	129 +/- 18	3	480
88 +/- 19	4	-	-	960

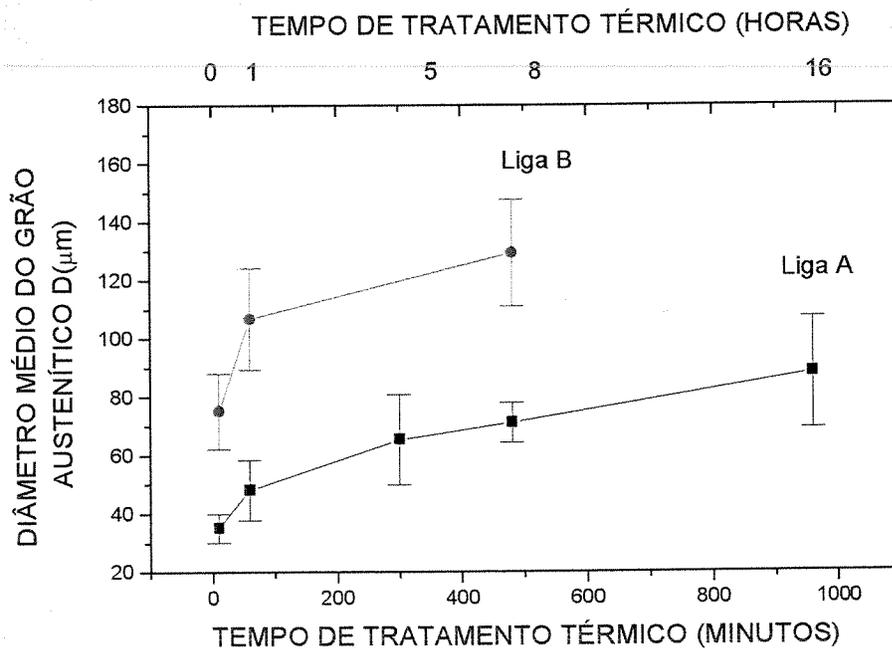


Figura 3.7 Diâmetro médio do grão austenítico em função do tempo de tratamento térmico a 1050°C para as ligas A e B.

¹ NORMA ASTM E- 112 – American Society for Testing Materials – Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

Analisando-se a figura 3.7 observa-se que a liga A apresentou granulometria mais fina quando comparada com a liga B para o mesmo tempo de tratamento térmico. Essa diferença é resultado da composição química apresentada na tabela 3.1, capítulo 3. A liga B apresenta um teor de carbono de 4,8 vezes menor quando comparado com a liga A. Otubo [Otubo, 1996] que trabalhou com a liga A, encontrou a presença de carboneto de cromo. A presença de carbonetos inibe o crescimento do grão austenítico funcionando como uma barreira para o movimento de discordâncias. Como a liga B possuía um teor de C bem mais baixo e não foi encontrada a presença de nenhum carboneto por metalografia ótica, esta deve ser a razão para a liga B ter apresentado uma granulometria mais grosseira quando comparada à liga A para o mesmo tempo de tratamento térmico. De acordo com a literatura [Bresciane, 1991] o tratamento térmico em aços austeníticos reduz a resistência a corrosão intergranular² ocorrendo a precipitação de carbonetos de cromo ao longo dos contornos de grão. Segundo Bresciane [Bresciane, 1991] a redução de C, pode reduzir esse efeito.

A dispersão das médias obtidas na tabela 3.2 foi alta, principalmente para a amostra tratada por 16 horas (ligas A e B), onde se observou por metalografia ótica que algumas regiões apresentavam crescimento anormal de grão, (figura 3.8). A estrutura não homogênea obtida após o tratamento térmico resultou em uma precisão relativa de aproximadamente 18 e 12%, ligas A e B respectivamente (para 480 minutos a 1050°C) na estimativa do diâmetro médio do grão, D. Se a estrutura fosse homogênea uma das maneiras de aumentar a precisão das medidas seria aumentar o número de campos medidos. Como este não foi o caso, optou-se em manter os resultados apresentados na tabela 3.2 para um intervalo de confiança (IC) de 95% conforme previsto na norma ASTM E-112. Maiores detalhes estão apresentados no Apêndice I.

De acordo com Rios e colaboradores [Rios, 2001] o crescimento anormal de grão ocorre de uma maneira distinta ao crescimento normal. Durante o crescimento normal, todos os contornos podem migrar livremente de maneira que o crescimento normal do grão ocorre de uma maneira uniforme. Por outro lado, no crescimento anormal, apenas alguns contornos migram que crescem consumindo uma matriz de grãos que permanecem relativamente uniformes. O crescimento anormal

²Corrosão intergranular- surge em condições particulares quando os contornos dos grãos metálicos apresentam uma reatividade maior do que a região adjacente constituída do próprio grão. Nesse caso a corrosão segue um processo intergranular, penetrativo e esfolhativo, conduzindo a perda de resistência mecânica da peça [Bresciane, 1991].

do grão ocorre de uma maneira heterogênea. Esta característica contribuiu para uma maior dispersão nos resultados durante a estimativa do diâmetro médio do grão austenítico (tabela 3.2 e figura 3.7).

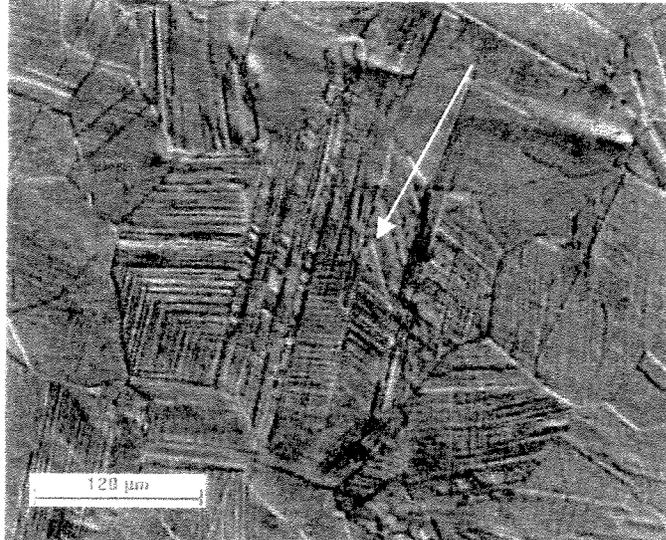


Figura 3.8 Micrografia ótica mostrando uma região onde ocorreu crescimento anormal de grão, TG = 88 μ m, reagente: 2mlHCl + 2mlHNO₃+ 1ml glicerina. Último ciclo de treinamento, liga A.

3.3.3 Metalografia

Com o objetivo de analisar as modificações na microestrutura decorrentes das etapas de laminação e forjamento, acompanhar a evolução das fases formadas após o tratamento termomecânico (treinamento), e também estimar o tamanho de grão, as amostras foram submetidas à análise microestrutural utilizando Microscópio Ótico (Analisador de Imagens Leika 500) e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). As análises foram realizadas no laboratório de metalografia do DEMA/FEM/UNICAMP.

A análise da microestrutura foi realizada com as amostras devidamente preparadas por embutimento a frio, utilizando uma resina de poliéster (MILFLEX). Após o embutimento iniciou-se a etapa de lixamento até a lixa # 1200 e polimento mecânico utilizando pasta de diamante até 0,25 μ m. Para revelar os contornos de grão, maclas de deformação e as placas de martensita o

seguinte reagente foi utilizado: 2ml HCL, 2ml HNO₃, 1ml glicerina. Para identificar as martensitas ϵ (hc) e α' (tcc) decorrentes da transformação γ (cfc) \rightarrow ϵ (hc) \rightarrow α' (tcc) existe o reagente específico para a liga Fe-Mn-Si-Cr-Ni-(Co) com EMF que segundo Bergeon e colaboradores [Bergeon, 1997] foi desenvolvido por Quin, G. O reagente basicamente é 1,2%K₂S₂O₅ + 0,5%NH₄HF₂ diluídos em H₂O. Esta proporção é a mesma utilizada por outros autores [Bergeon, 1997, 1998a-b], [Jun, 1998]. Porém este reagente pode ser adaptado para as composições próximas das ligas utilizadas nesse trabalho a partir dos resultados de Jang [Jang, 1995]: 1,2%K₂S₂O₅ + 0,8%NH₄HF₂, diluídos em água. Em nosso caso a proporção do reagente à base de K₂S₂O₅ + NH₄HF₂ foi adaptada para a composição das ligas apresentadas na tabela 3.1 (20g K₂S₂O₅ + 0,5g NH₄HF₂ + 100ml de H₂O destilada). Este tipo de reagente é muito utilizado porque revela cada fase de uma cor. A matriz austenítica é identificada como uma cor marrom, as placas de martensita- ϵ são destacadas com uma tonalidade bem mais clara distribuídas no interior dos grãos da matriz austenítica. A fase martensítica tetragonal tcc é identificada como partículas escuras no interior das placas de martensita- ϵ .

Um outro tipo de reagente, adequado para estudar a fase martensítica nas ligas a base de Fe-Cr-Ni-Co, também foi utilizado com o objetivo de estudar a distribuição e morfologia da martensita- ϵ . O reagente cuja composição é 10ml H₂O + 15mlHCl + 15g K₂S₂O₅ + 5g NH₄HF₂ + 10g Na₂S₂O₅, foi testado em amostras preparadas por polimento mecânico seguidas de polimento eletrolítico, 8%HClO₄ + 92% metanol.

A metodologia para a determinação do diâmetro médio (D) do T.G, a partir da aquisição de imagens, foi feita com base na Norma ASTM E-112 utilizando o Método da Intersecção Linear. No que concerne o significado estatístico das medidas, a norma estabelece que devem ser feitas no mínimo um total de 50 contagens de interceptos em uma amostra para que seu desvio padrão seja mínimo³. Para cada amostra (tratada em diferentes tempos) foram escolhidos 08 campos aleatórios cujas imagens foram adquiridas utilizando o microscópio ótico Neophot. A escolha do aumento teve como critério o número de 15 pontos dos contornos interceptando a linha teste. Foram analisadas várias regiões das amostras para cada condição. O reagente utilizado para revelar os contornos de grão foi 2mlHCl + 2mlHNO₃ + 1ml glicerina para as ligas A e B. O tempo de ataque foi alguns

³ http://www.members.tripod.com/alkimia/estatística/intervalo_conf.htm e <http://www.pmt.usp.br/paulob/montecarlo/experim/default.htm>.

minutos variando de acordo com a composição química das amostras e com a variação de tamanho de grão.

Resultados de MEV (com a superfície das amostras previamente atacadas com o reagente: 2ml HCL, 2ml HNO₃, 1ml glicerina) foram utilizados para analisar a distribuição das placas de martensita-ε após os ciclos de tratamento termomecânico.

3.3.4 Difração de Raios X

A difração de raios X foi realizada no Instituto de Física - UNICAMP utilizando um difratômetro para amostras policristalinas (figura 3.9). O difratômetro da marca Philips pw1710, apresenta as seguintes características: 40kV, 30mA. As fendas utilizadas foram: 1,5 (fenda de divergência), 0,2mm – 1°(fenda receptiva). Todas as medidas foram feitas com radiação CuK α ($\lambda_{Cu}=1,5443\mu\text{m}$) utilizando um monocromador secundário de grafita, cuja função é focalizar o feixe difratado pela amostra no detector.

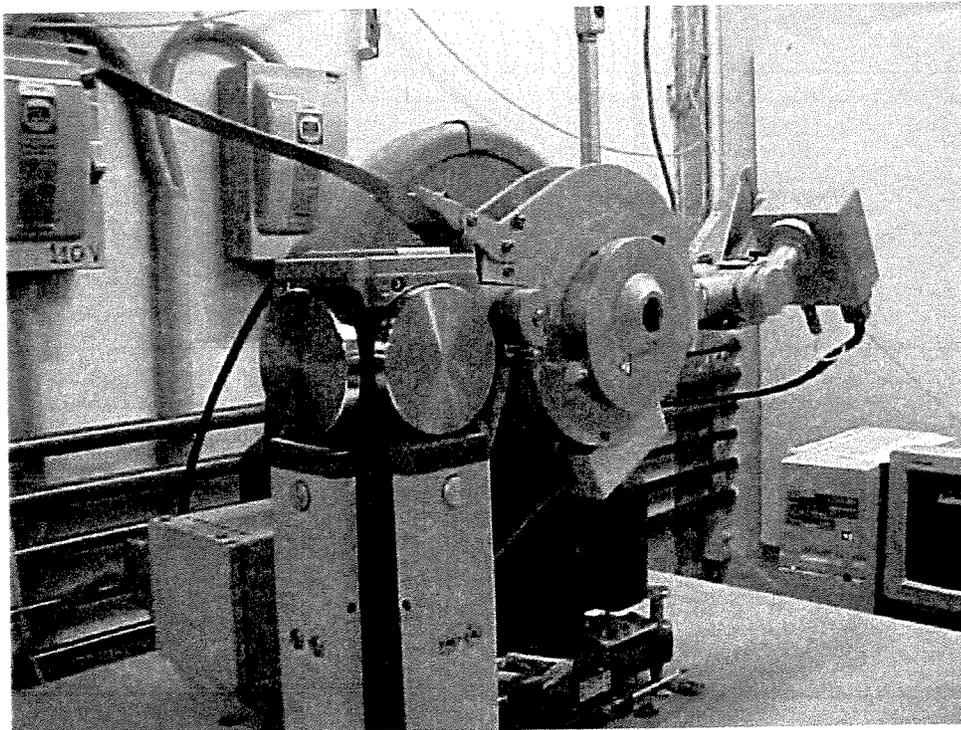


Figura 3.9 Difratômetro de raios X, Philips do Instituto de Física – Unicamp.

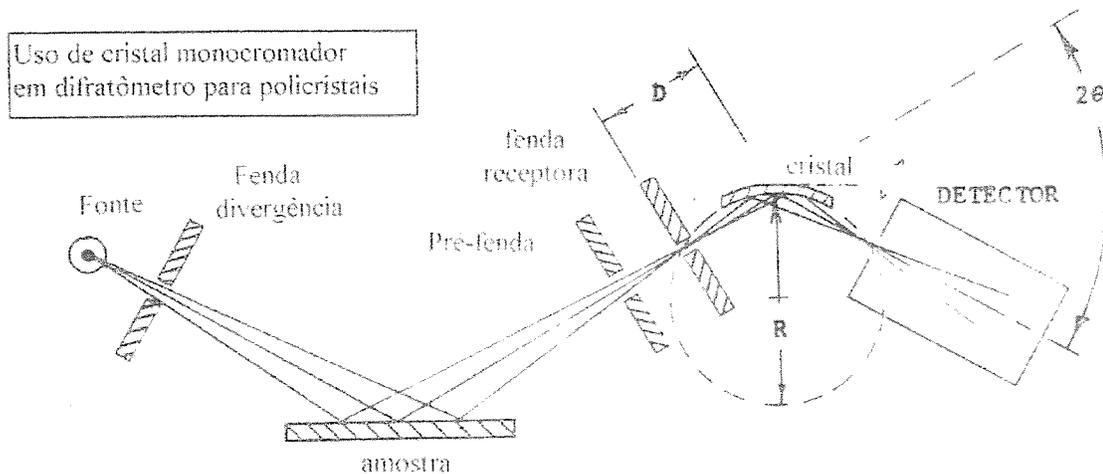


Figura 3.10 Desenho esquemático do difratômetro utilizando monocromador para análise de amostras policristalinas.

A figura 3.10 apresenta um desenho esquemático do difratômetro, ilustrado com o monocromador e com as fendas de divergência e receptora. As medidas de difração de raios X tiveram dois objetivos:

a) identificar as fases formadas após o tratamento termomecânico (que será explicado posteriormente) e após as diferentes reduções de área;

b) quantificar as fases através da intensidade integrada dos picos de difração. Os picos $(hkl)_\gamma$ e $(hk.l)_\epsilon$ foram ajustados por gaussianas encontrando-se os valores de amplitude e largura a meia altura dos picos. O fator de estrutura (FE_{hkl}) , o fator de multiplicidade (p) e o fator de espalhamento atômico (fn) para cada plano $(hkl)_\gamma$ e $(hk.l)_\epsilon$ que são parâmetros necessários para o cálculo de fração volumétrica, estão apresentados no Apêndice II. A quantificação das fases foi analisada levando-se em consideração os picos: $(111)_\gamma$, $(200)_\gamma$, $(202)_\gamma$, $(311)_\gamma$, $(10.0)_\epsilon$ e $(10.1)_\epsilon$.

Para o caso das ligas A e B submetidas aos ciclos de treinamento, a fase martensítica- α' não foi levada em consideração para estimar a fração volumétrica da martensita- ϵ , porque para pequenas deformações, 4% por compressão, a quantidade presente de α' é muito baixa, inferior a 2%. Como o

método utilizado é adequado somente para quantificar duas fases distintas, a análise quantitativa foi realizada levando-se em consideração as fases austenítica (cfc) e martensítica (hc) para todos os picos identificados.

3.3.5 Ensaio de dureza

Dureza Vickers

A resistência mecânica para todas as condições (liga A) foi acompanhada com medidas de dureza Vickers (DEMA/FEM/UNICAMP) utilizando uma carga de 49N e tempo de 5 segundos. O resultado analisado se refere a uma média sete indentações para cada condição.

3.3.6 Ensaio de Compressão

Condições do ensaio

O ensaio de compressão, realizado no laboratório do DEMA/FEM/UNICAMP, teve por objetivo induzir a martensita- ϵ (hc) com aproximadamente 4% de deformação (por compressão) em ambas as ligas A e B durante os ciclos de treinamento. As seguintes condições mantiveram-se durante os ensaios: $1,4 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ e 0,075mm/minuto. De acordo com a norma E9-89a da ASTM, durante o ensaio de compressão a aplicação da carga deve ser monitorada constantemente. Testes realizados em aço comum indicaram que aumentando-se a altura do corpo de prova de 9mm para 20mm obtinha-se uma maior homogeneidade da deformação (evitando-se a flambagem) durante o ensaio, tabela 3.3, motivo pelo qual as dimensões foram alteradas. Durante o ensaio de compressão foi utilizada uma matriz de WC para melhor apoiar o corpo de prova, como mostra a figura 3.11. A liga A foi ensaiada com amostras de dimensões 6mm de diâmetro por 9mm de comprimento. A análise metalográfica em corte longitudinal mostrou que essas dimensões apresentavam regiões de deformação homogênea muito pequena o que poderia prejudicar tanto a análise microestrutural como as medidas das dimensões nos estágios de recuperação de forma. O comprimento para a liga B foi alterado para 20mm, conforme mostra a tabela 3.3 apresentando uma relação h_0/d_0 aproximadamente igual a 3, maior do que a liga A que foi de 1,50.

Tabela 3.3 Dimensões dos corpos de prova para os ensaios de compressão.

Liga	Altura h_0 (mm)	Diâmetro d_0 (mm)	h_0/d_0
A	9	6	1,50
B	20	6	3,33

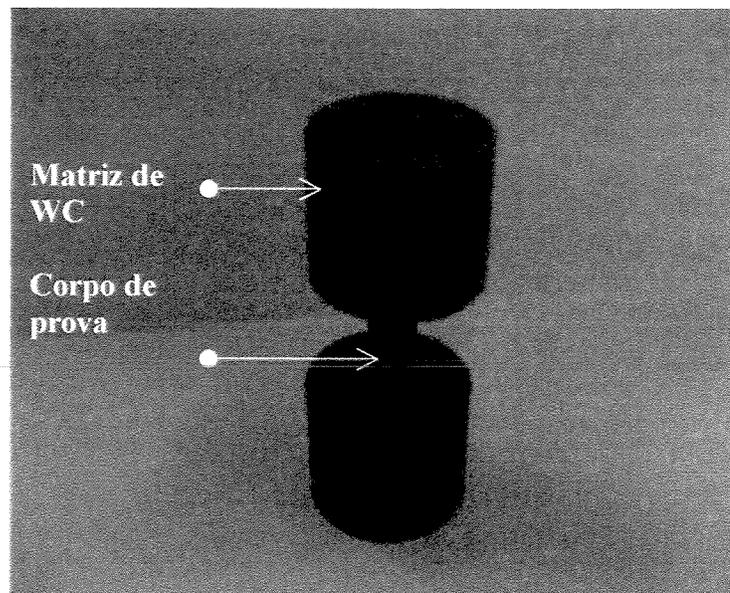


Figura 3.11 Corpo de prova preparado para o ensaio de compressão.

Os corpos de prova utilizados no ensaio de compressão apresentaram o aspecto inicial (para todas as condições de TG) mostrado na figura 3.12a. No sexto ciclo de compressão (sem recuperação), as amostras da liga A foram divididas ao meio para as futuras análises de limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$), tensão $\sigma_{4\%}$ e dureza Vickers. O mesmo foi feito para a liga B (figura 3.12b) porém para todos os ciclos como apresentado anteriormente no capítulo 3. Este procedimento foi adotado antes das análises de raios X, metalografia e dureza.

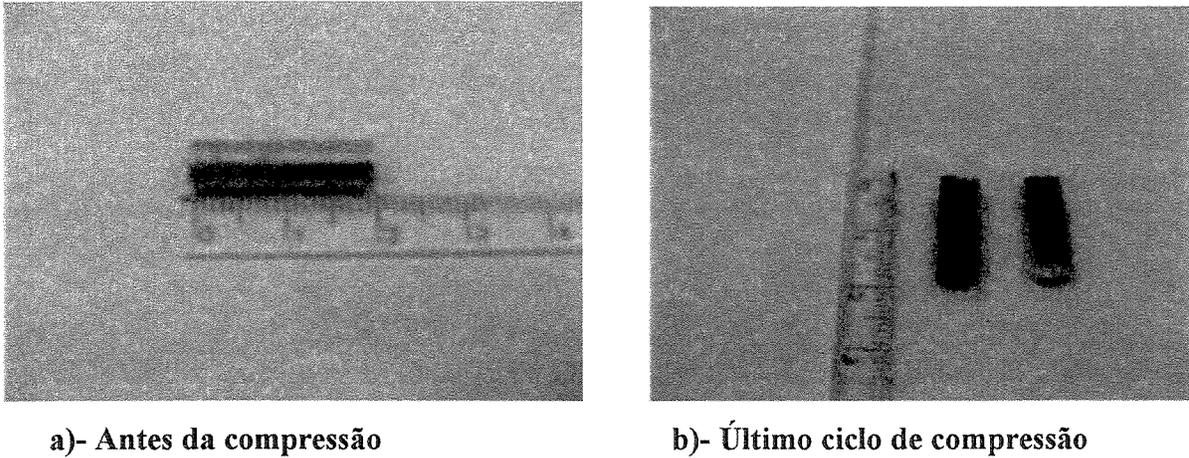


Figura 3.12 Aspecto do corpo de prova da liga B para o tratamento termomecânico ($h=20\text{mm}$, $\phi=6\text{mm}$), a) antes dos ensaios de compressão, b) no sexto ciclo de tratamento termomecânico.

Treinamento

O treinamento para as ligas A e B consistiu em seis ciclos de deformação e recuperação. Cada ciclo correspondeu a 4% de compressão (para indução da martensita- ϵ) seguido de alívio de carga e posterior aquecimento a 600°C por 30 minutos para provocar a reversão da martensita seguido de imersão em água. Esse processo é denominado na literatura de treinamento, uma vez que a cada ciclo o efeito de memória de forma é melhorado [Ohtsuka, 1994]; [Otubo, 1999].

Os ciclos de treinamento tiveram finalidades diferentes para as ligas A e B. Para o primeiro caso (liga A) o objetivo foi o de verificar a influência do tamanho de grão nas propriedades mecânicas e na fração volumétrica da martensita- ϵ . No segundo caso (liga B) além de se verificar o efeito do tamanho de grão nas propriedades analisadas na liga A, também verificou-se o efeito do refinamento de grão austenítico nas propriedades de recuperação de forma.

Liga A

Para o caso da liga A o efeito do tamanho de grão na dureza, no limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$), na tensão a 4% ($\sigma_{4,0\%}$) e na fração volumétrica da martensita- ϵ , foram analisados no último ciclo de treinamento. O procedimento adotado está apresentado na figura 3.13.

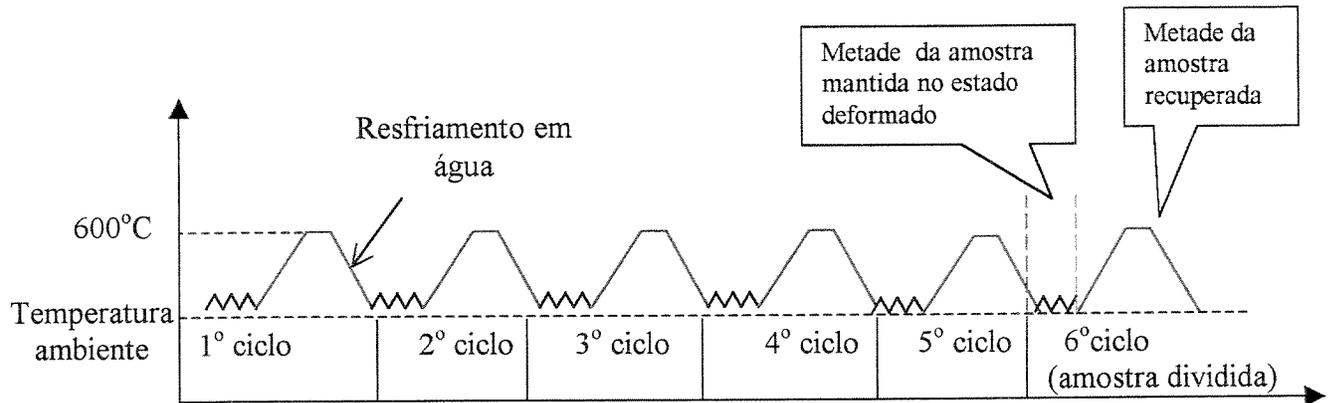


Figura 3.13 Desenho esquemático do treinamento utilizado para a liga A.

O treinamento consistiu de cinco ciclos completos, como pode ser visto na figura 3.13. No sexto ciclo, as amostras (com diferentes tamanhos de grão) foram divididas ao meio. Uma metade foi mantida no estado deformado e a outra metade correspondente foi recuperada (figura 3.14), completando o sexto ciclo.

Após a divisão das amostras da liga A no último ciclo, (figura 3.14), estas foram submetidas a análise de difração de raios X e metalografia.

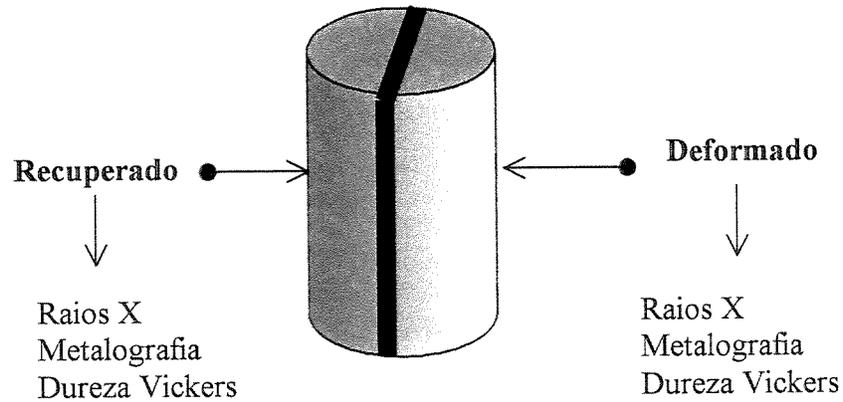


Figura 3.14 Divisão das amostras (liga A) após o quinto ciclo de compressão.

Uma vez conhecida a influência do TG nestes parâmetros (limite de escoamento, tensão a 4% e fração volumétrica da martensita- ϵ) o próximo passo foi submeter a liga B ao mesmo tipo de ensaio, analisando-se todos os ciclos, verificando não somente o efeito do TG nas propriedades mecânicas como também nas propriedades de recuperação de forma.

Liga B

Diferente do procedimento adotado para a liga A, toda a análise de propriedades mecânicas e de efeito de memória de foram realizadas para todos os ciclos, sendo necessário um número maior de amostras (18 corpos de prova – 6 para cada condição de tamanho de grão). Para cada ciclo e para cada tamanho de grão, a amostra foi dividida ao meio, conforme ilustrado na figura 3.10 (semelhante a liga A).

A figura 3.15 apresenta um diagrama esquemático do procedimento adotado para o treinamento na liga B.

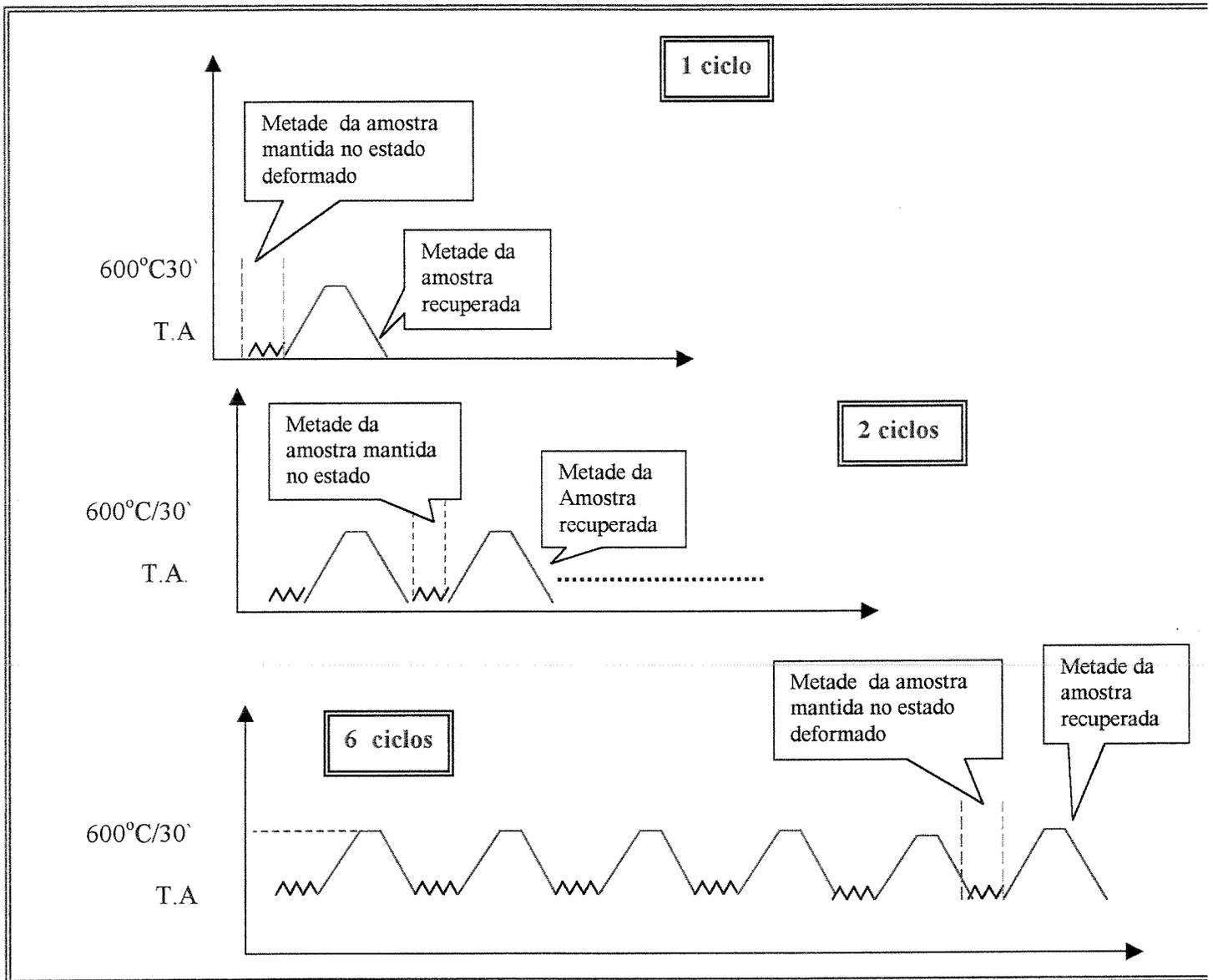


Figura 3.15 Desenho esquemático dos ciclos de treinamento referentes a liga B.

Limite de escoamento ($\sigma_{0.2\%}$) e tensão a 4% de deformação ($\sigma_{4\%}$)

O limite de escoamento e a tensão a 4% de deformação foram obtidas a partir da curva tensão versus deformação obtida nos ensaios de compressão. A seguir será apresentado o procedimento experimental adotado para estimar estas propriedades.

A figura 3.16 apresenta a curva força versus deformação obtida durante o ensaio para 4% compressão referente à amostra com TG igual a 75 μ m, (liga B) no sexto ciclo de compressão. As curvas obtidas para as ligas A e B, para todas as condições de TG foram semelhantes à curva apresentada nesta figura.

O ponto A da figura 3.17 corresponde à altura inicial h_0 para as ligas A e B, tabela 3.3. A curva de carregamento obtida durante o ensaio é representada pelo segmento **AB** onde o ponto B indica à compressão de 4%. Neste caso o diagrama se refere à liga B, $h_0=20$ mm para o primeiro ciclo. A deformação determinada correspondeu a uma redução na altura de aproximadamente 0,8mm antes de retirar a carga.

Após o alívio de carga, o material sofre uma recuperação elástica R_E , representada pelo segmento **BC'** do diagrama 3.16. Os valores negativos apresentados nas ordenadas e nas abscissas da figura 4.4 indicam que o material está sendo comprimido.

O limite de escoamento $\sigma_{0,2\%}$ (MPa) para as ligas A e B foi obtido para cada condição de TG a partir do gráfico força x deformação conforme mostra a figura 3.16 levando-se em consideração somente à curva de carregamento (segmento **AB**). Apesar da curva de carregamento obtida no ensaio de compressão não apresentar um patamar de escoamento definido a mesma metodologia empregada no ensaio de tração pode ser também utilizada no ensaio de compressão, traçando-se uma reta paralela à região elástica do gráfico tensão-deformação, [Garcia, 2000]. A partir da reta tangente à curva de carregamento, uma reta paralela a esta é deslizada até o interceptar o ponto que corresponde à deformação de 0,2%. Este procedimento foi adotado para todas as situações, exceto para os casos em que ocorreram problemas na curva de carregamento. Nesses casos a curva foi desconsiderada.

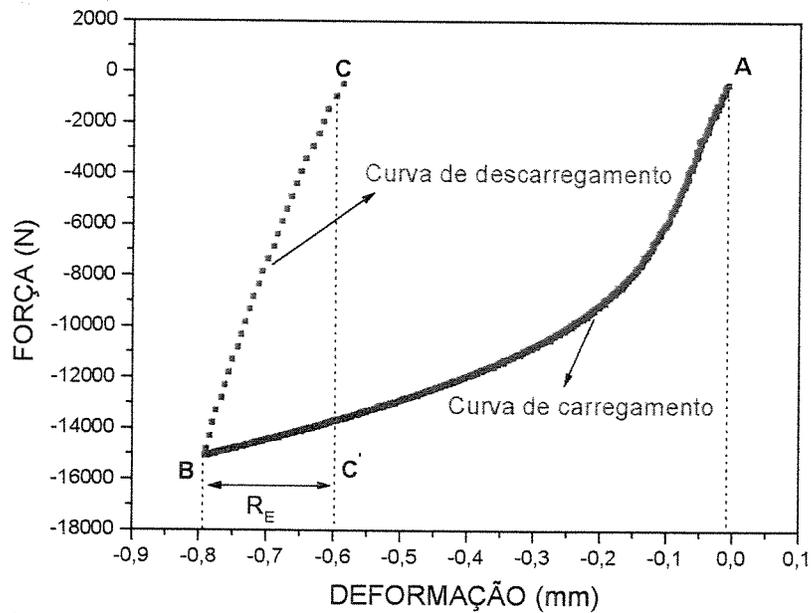


Figura 3.16 Curva obtida durante o ensaio de compressão para a amostra com $TG = 75\mu\text{m}$ referente ao primeiro ciclo de compressão. Liga B.

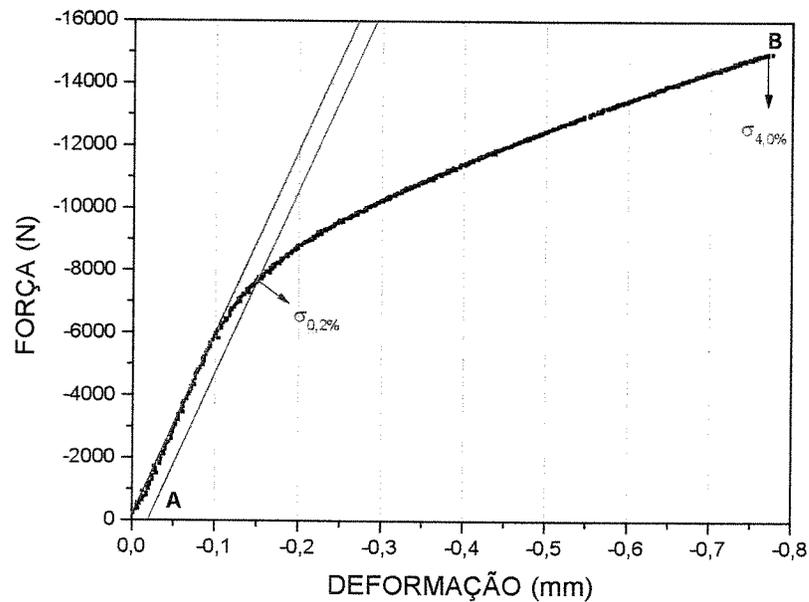


Figura 3.17 Curva de carregamento obtida durante o primeiro ciclo de ensaio de compressão para amostra com $TG = 75\mu\text{m}$. Liga B.

A curva obtida no ensaio de compressão é muito semelhante à curva obtida no ensaio de tração. A figura 3.18 apresenta uma comparação entre a curva obtida no ensaio de compressão para a amostra com $TG = 75\mu\text{m}$ no sexto ciclo de deformação e a curva obtida por Otubo [Otubo, 1996] no ensaio de tração para a liga a base de Fe com EMF. Esta comparação foi discutida em seminário apresentado no XXIII Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, [Nascimento, 2000].

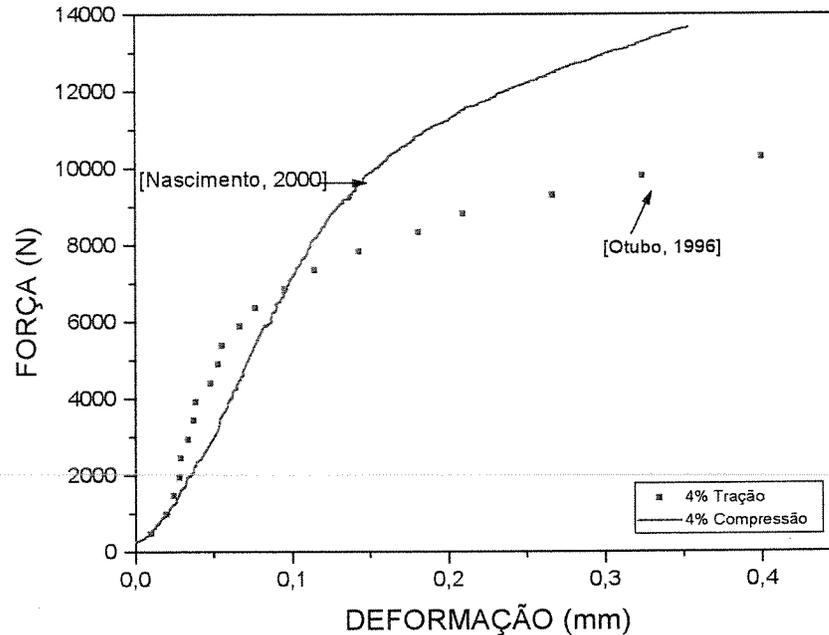


Figura 3.18 Comparação das curvas durante o carregamento para o ensaio de compressão e tração em ligas inoxidáveis com EMF.

As figuras 3.19 e 3.20 apresentam as curvas carga-deformação para as ligas A e B respectivamente, para alguns ciclos de compressão. Na figura 3.19 estão representadas as curvas referentes aos ciclos (1), (2) e (4). Na figura 4.8 a curva que se refere ao ciclo (4) foi substituída pela curva referente ao quinto ciclo (5). Optou-se por esta curva porque foi observado um início de flambagem no quarto ciclo de compressão na liga B.

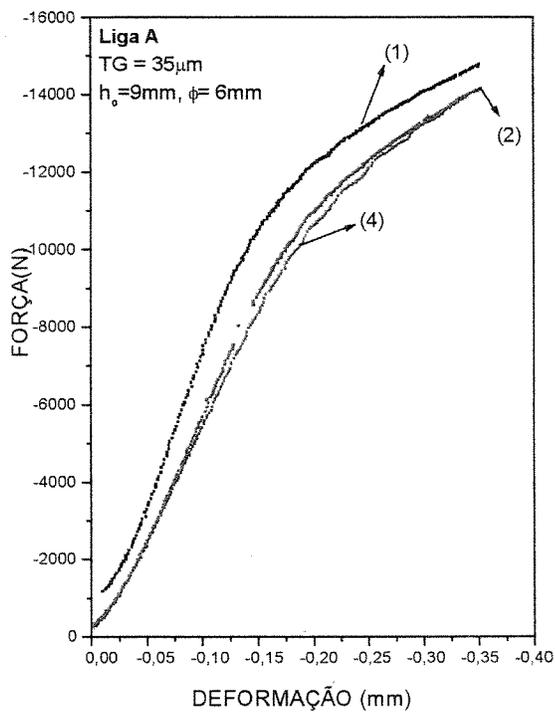


Figura 3.19 Curva carga-deformação para os ciclos (1), (2) e (4) respectivamente. Liga A.

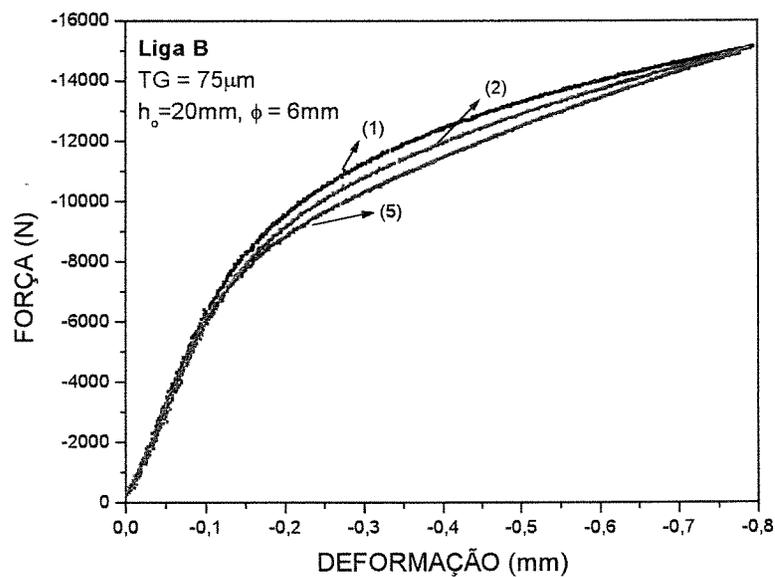


Figura 3.20 Curva carga-deformação para os ciclos (1), (2) e (5) respectivamente. Liga B.

Em ambas as figuras (3.19 e 3.20) dois aspectos podem ser observados:

- O primeiro se refere a influência ao comprimento do corpo de prova durante o ensaio. A figura 3.19 se refere a liga A cujo ensaio foi realizado com o corpo de prova de menor comprimento (tabela 3.3.). Observa-se em certos ciclos uma instabilidade durante o carregamento por compressão. Além disso, algumas curvas apresentaram falhas que poderiam ser atribuídas à acomodação do material durante a deformação, como por exemplo, a curva referente ao segundo ciclo de compressão na figura 3.19. Estas curvas tiveram uma atenção especial no momento de se estimar o limite de escoamento. O procedimento adotado em aumentar a altura do corpo de prova (liga B), além de resultar em uma deformação mais homogênea, também resultou em uma curva tensão-deformação mais definida como mostra a figura 3.20, possibilitando uma maior precisão na análise das propriedades mecânicas e de recuperação de forma. A vantagem de se usar corpos de prova de comprimento maior reside no fato de se ter aumentado a região de deformação homogênea quando comparado ao volume total. A desvantagem de se aumentar o comprimento ou altura é o aumento de tendência à flambagem.

- O segundo aspecto se refere ao comportamento da curva carga-deformação para ambas as ligas (figuras 3.19 e 3.20) em função do número de ciclos. Observa-se na figura 3.19 que no início do ensaio, as curvas coincidem independente do número de ciclos. Com a deformação, as curvas começam a se distanciar, indicando que o treinamento reduz a força F , influenciando no limite de escoamento (ver a região entre $-0,15$ e $-0,7$ mm de deformação) na figura 3.20. Próximo à deformação de 4% por compressão (que na figura 3.20 correspondeu a uma deformação de 0,8mm), as curvas voltam a coincidir novamente. Essa característica foi mais acentuada para a liga B.

Comportamento semelhante foi observado recentemente por Chen e colaboradores [Chen, 2000] para curvas carga-deformação obtidas durante ensaio de tração para ligas a base de Fe-Mn-Si. Segundo estes autores, saindo da região elástica, o material entra num estágio onde ocorre o início da formação da martensita- ϵ induzida mecanicamente, seguido do aumento de número de discordâncias perfeitas. Em nosso caso este ponto (identificado por **B** na figura 3.17) estaria próximo a região que corresponde à deformação de 4%. No ensaio de tração essas regiões são mais definidas.

O efeito de memória de forma

A recuperação de forma R_F foi analisada somente para a liga B em função do número de ciclos e do TG. A figura 3.21 apresenta esquematicamente o procedimento para medir a recuperação de forma, R_F . As dimensões h_0 e ϕ_0 correspondem às medidas iniciais (antes do primeiro ciclo de compressão) para todas as amostras. Quando o material é submetido a 4% de compressão, as dimensões passam para h_1 e ϕ_1 . Após o alívio de carga, ocorre uma recuperação elástica R_E , sendo que as dimensões medidas no estado deformado são h_2 e ϕ_2 . Após o alívio de carga o corpo de prova é retirado da máquina de compressão e levado para tratamento a $600^\circ\text{C}/30'/\text{H}_2\text{O}$, onde novamente as dimensões são retiradas, obtendo-se h_3 e ϕ_3 , que correspondem às medidas após a recuperação de forma.

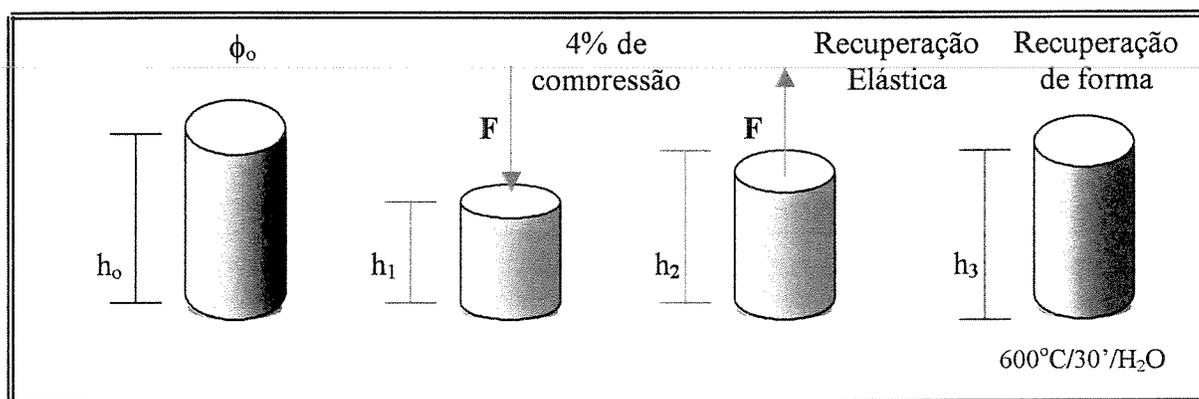


Figura 3.21 Esquema apresentando as dimensões após a deformação e após a recuperação de forma.

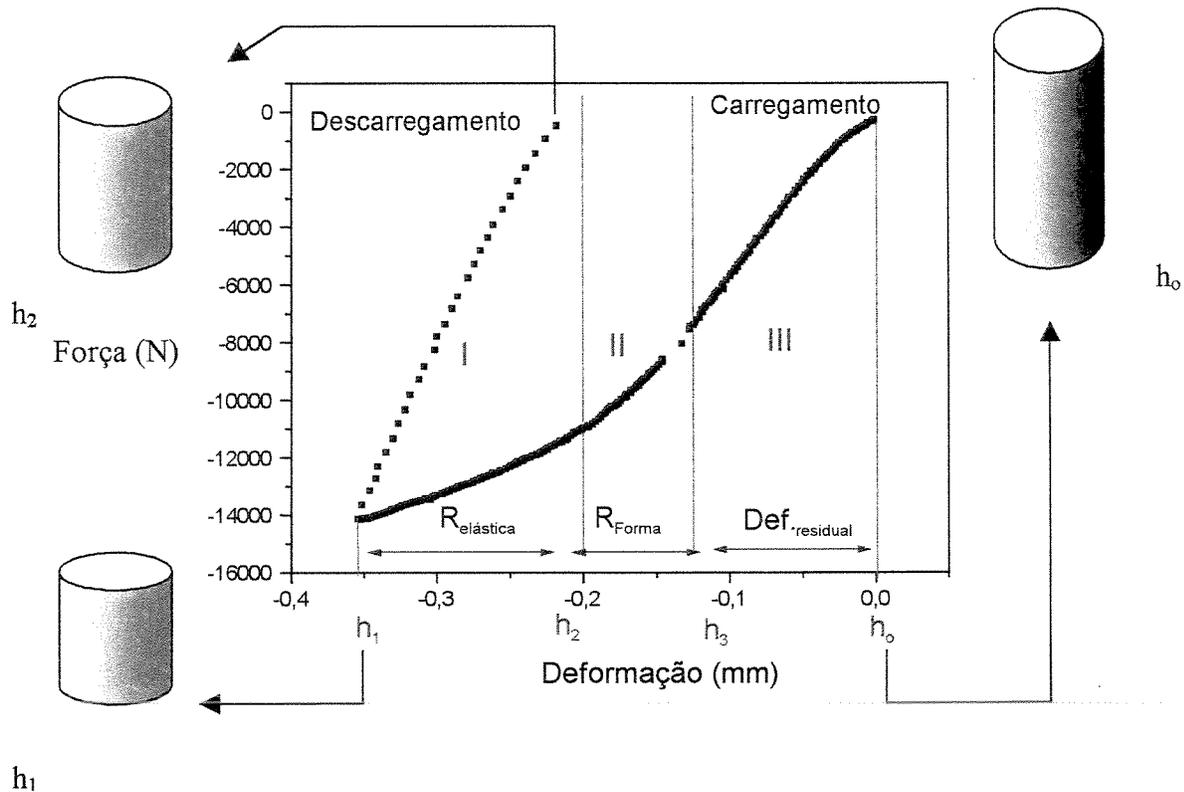


Figura 3.22 Curva obtida durante o ensaio de compressão.

A figura 3.22 mostra a curva (carregamento versus descarregamento) obtida durante o ensaio de compressão ilustrando as dimensões apresentadas na figura 3.21. Inicialmente o corpo de prova apresenta uma altura h_0 (mm). Durante a compressão essa dimensão vai sendo reduzida até chegar um ponto em que corresponde a deformação de 4%, onde nesse estágio o corpo de prova apresenta uma altura h_1 . No momento em que a carga é retirada, tem-se uma recuperação elástica, que corresponde à região I apresentada na figura 3.22, cujas dimensões são h_2 e ϕ_2 , figura 3.21. A R_E é uma informação que pode ser obtida através da equação:

$$R_E = h_1 - h_2 \quad (h_0 > h_1, h_2 < h_0) \quad (1)$$

Nesse estágio, a amostra é levada ao forno a uma temperatura de 600° por meia hora. O objetivo desse tratamento é recuperar a forma inicial do material. A verificação da recuperação de forma é feita a partir da medida h_3 retirada diretamente no corpo de prova. Essa situação

corresponde à região II, que está associada ao movimento reverso das discordâncias parciais de Schockley (figura 3.21). A recuperação de forma é a única informação que não pode ser feita através da curva obtida durante o ensaio, porque depende da medida h_3 . A região III nesta mesma figura indica a deformação residual $Def_{residual}$ que corresponde ao que não foi recuperado durante o aquecimento.

As equações utilizadas para determinar a R_F e a recuperação total R_T ($R_E + R_F$), estão apresentadas nas equações a seguir:

$$\begin{aligned}R_T &= R_E + R_F \\R_T &= (h_2 - h_1) + (h_3 - h_2) \\R_T &= h_3 - h_1\end{aligned}$$

(2)

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

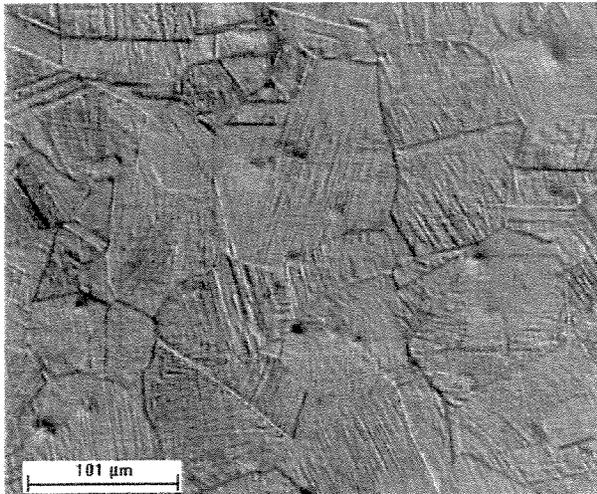
4.1. ANÁLISE DA MICROESTRUTURA

4.1.1 Liga A.

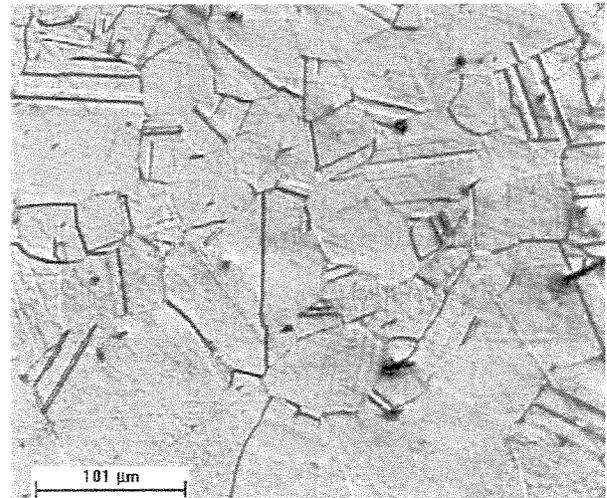
A figura 4.1 apresenta as microestruturas referentes ao estado deformado e recuperado no último ciclo de treinamento da liga A para diferentes tamanhos de grão. Observa-se uma alta densidade de placas de martensita distribuídas no interior dos grãos no estado deformado para todos os tamanhos de TG. Quando a mesma amostra é recuperada, ocorre a reversão para a fase matriz (austenita), revelando uma microestrutura praticamente isenta de martensita- ϵ . O reagente utilizado na figura 4.1 não permitiu análise clara da variação volumétrica das fases em função do TG.

DEFORMADO

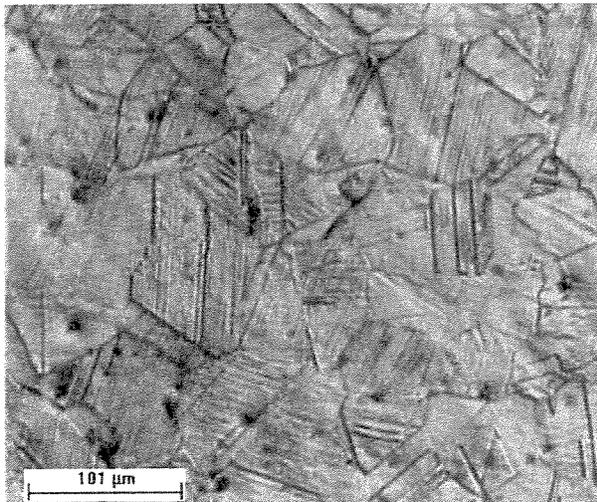
RECUPERADO



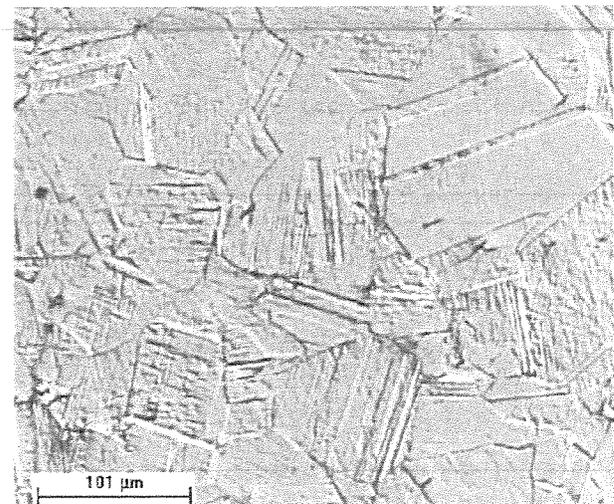
a)-TG = 35μm



b)- TG = 35μm



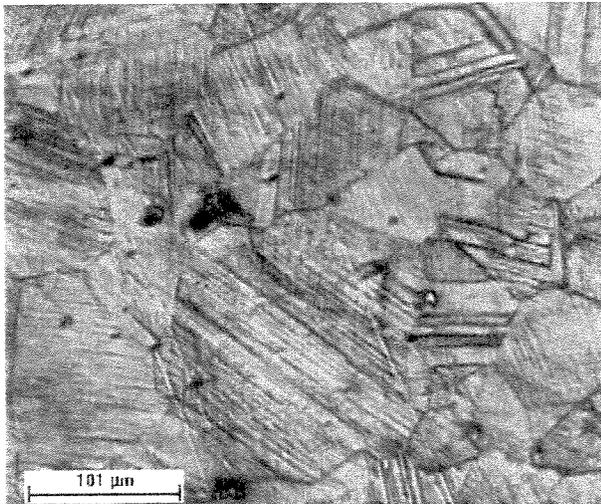
c)- TG = 48μm



d)-TG = 48μm

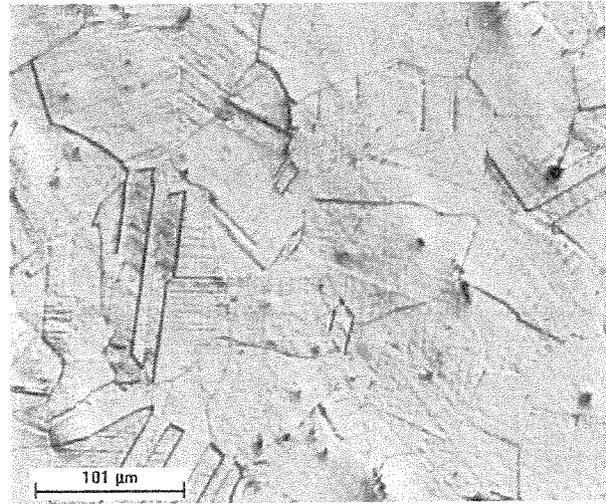
Figura 4.1 Microscopia ótica mostrando a mudança na microestrutura em função do tamanho de grão do estado deformado (a, c, e, g, i) para o estado recuperado (b, d, f, h, j) referente a liga A. Ataque: 2ml HCl + 2ml HNO₃+ 1ml glicerina.

DEFORMADO

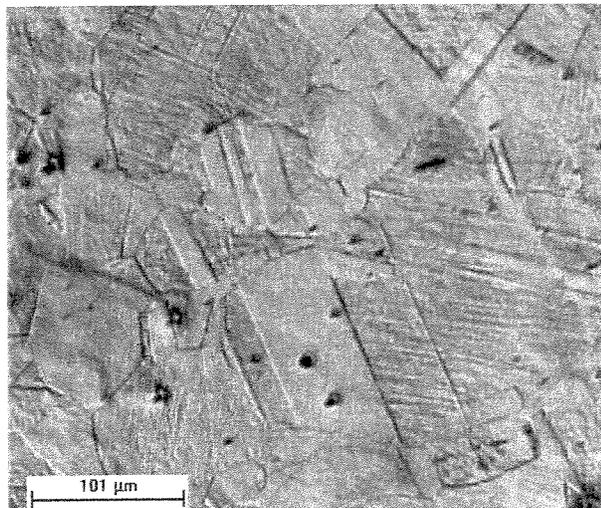


e)- TG = 65μm

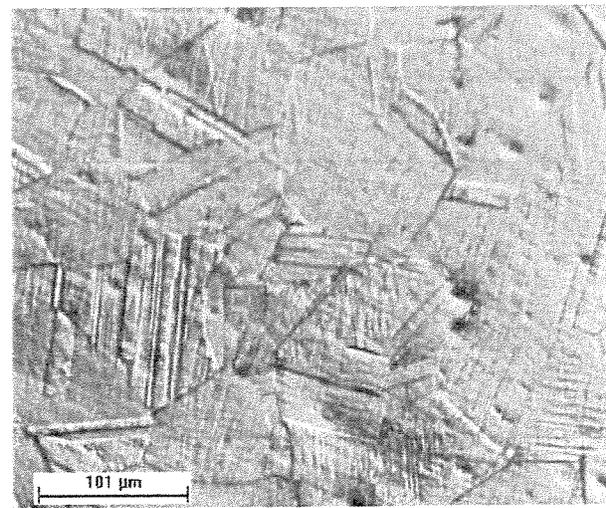
RECUPERADO



f)-TG = 65μm



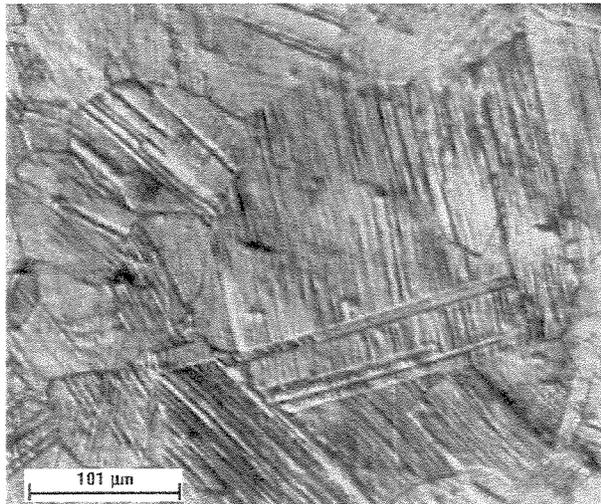
g)-TG = 71μm



h)-TG = 71μm

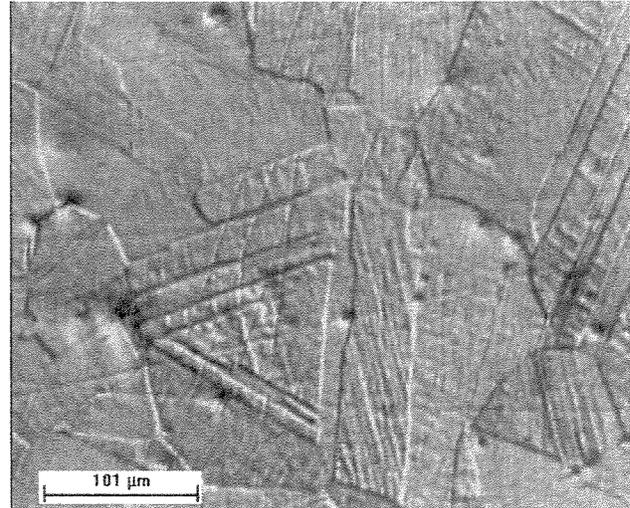
Figura 4.1 (Continuação) Microscopia ótica mostrando a mudança na microestrutura em função do tamanho de grão do estado deformado (a, c, e, g, i) para o estado recuperado (b, d, f, h, j) referente a liga A. Ataque: 2ml HCl + 2ml HNO₃+ 1ml glicerina.

DEFORMADO



i)-TG = 88μm

RECUPERADO



j)-TG = 88μm

Figura 4.1 (continuação) Microscopia ótica mostrando a mudança na microestrutura em função do tamanho de grão do estado deformado (a, c, e, g, i) para o estado recuperado (b, d, f, h, j) referente a liga A. Ataque: 2ml HCl + 2ml HNO₃+ 1ml glicerina.

Segundo Bergeon e colaboradores [Bergeon, 1997 e 1998a], a morfologia das placas de martensita- ϵ induzidas mecanicamente e termicamente são bem distintas, podendo ser distinguidas por microscopia ótica. As análises de microscopia eletrônica de transmissão (MET), feitas por estes autores, indicam que quando a fase martensítica é induzida por deformação ocorre a formação de bandas que se constituem em uma estrutura lamelar de fases γ e ϵ , sendo que a fase martensítica apresenta-se como placas finas com largura da ordem de 1,5 a 30nm separadas pela fase austenítica com largura da ordem de 1 a 10nm.

Podem ocorrer algumas regiões com placas mais largas, provenientes da alta fração volumétrica da fase em questão. Esta situação pode ser observada na figura 4.1 para o estado deformado, onde a quantidade de martensita é alta. De acordo com os estudos realizados por Bergeon e colaboradores [Bergeon, 1997], a martensita térmica (induzida por imersão em nitrogênio

líquido) apresenta-se também como placas distribuídas no interior do grão austenítico, porém são mais largas (aproximadamente 50nm) podendo estar presente em menor ou maior quantidade, o que vai depender das condições em que esta foi induzida [Bergeon, 1997].

A morfologia de placas finas distribuídas no interior do grão austenítico pode ser observada na figura 4.2 para a liga A, no estado solubilizado, indicando portanto martensita térmica. Esta foto corresponde a uma região próxima a borda da amostra, onde tem-se uma concentração maior de placas de martensita- ϵ . A diferença de coloração revelada corresponde as diferentes orientações dos de grãos.

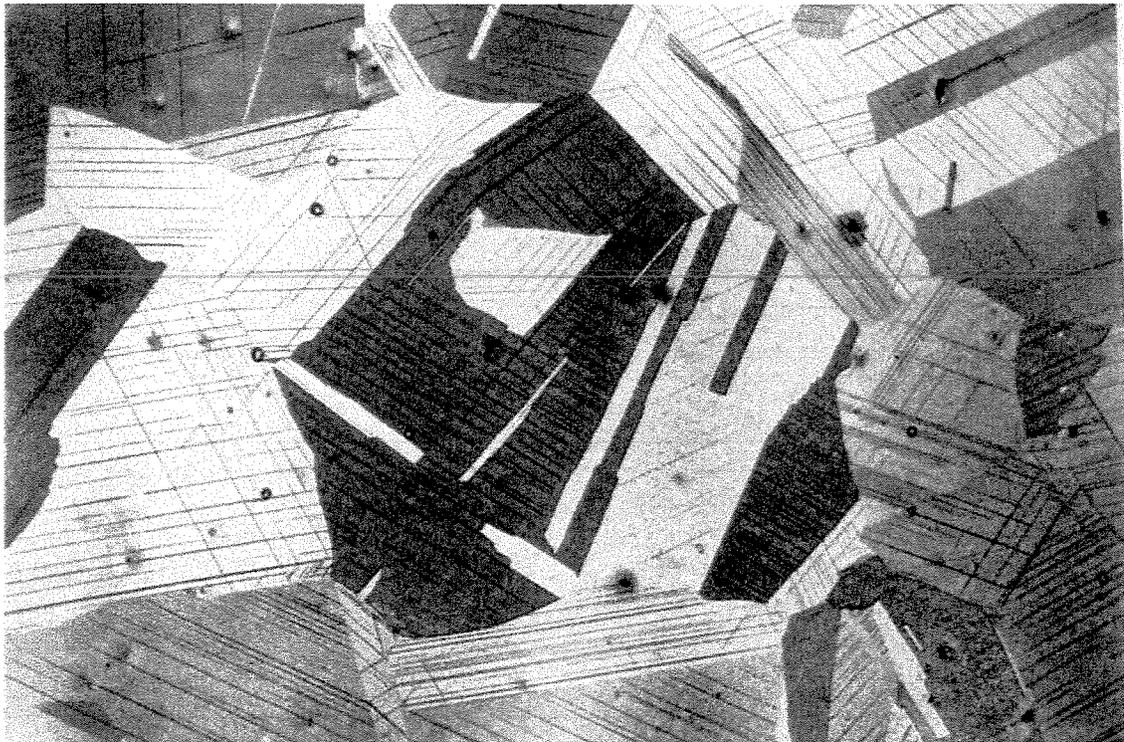


Figura 4.2 Distribuição de placas de martensita- ϵ no interior do grão para amostra solubilizada a 1050°C/2 horas, liga A. Polimento mecânico + eletrolítico: 8% HClO₄ + 92% metanol. Reagente: 10ml H₂O + 15ml HCl + 15g K₂S₂O₅ + 5g NH₄HF₂ + 10g Na₂S₂O₅. Aumento: 400X.

O reagente a base de K₂S₂O₅ + NH₄HF₂ proposto para analisar este tipo de material foi modificado para a composição da liga utilizada neste trabalho. O reagente deve ser ajustado aos parâmetros da liga, tais como: composição química, tamanho de grão, número de ciclos, dureza e

fração volumétrica das fases.

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) também revelaram uma estrutura de placas após o treinamento consistindo de uma mistura das fases ϵ e γ , figura 4.3. Os resultados indicaram que em algumas regiões, a amostra com menor TG apresentava uma distribuição de placas de martensita contendo uma única orientação, figura 4.3. Na amostra com maior TG foi observado que em algumas regiões no interior dos grãos havia cruzamento das placas martensita, como pode ser visto na figura 4.4. Regiões apresentando novas orientações também foram observadas.

De acordo com a literatura, [Bergeon, 1997] a região que corresponde ao cruzamento dessas placas tem a maior concentração de tensão, o que seria um ponto propício para a nucleação de uma segunda fase martensítica conhecida como martensita α' que contribuí como um fator negativo ao EMF [Bergeon, 1997], [Otubo, 1999a] e [Jang, 1995].

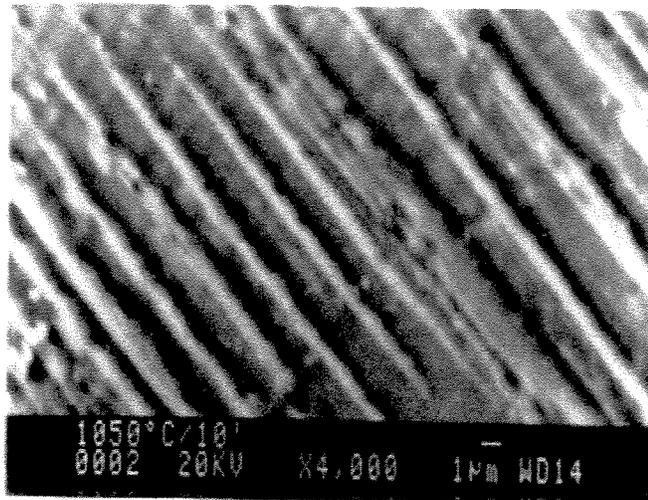


Figura 4.3 MEV, mostrando as placas de martensita- ϵ em amostra deformada, (sexto ciclo), liga A Reagente: 2ml HCl + 2ml HNO₃ + 1ml glicerina, TG = 35 μ m.

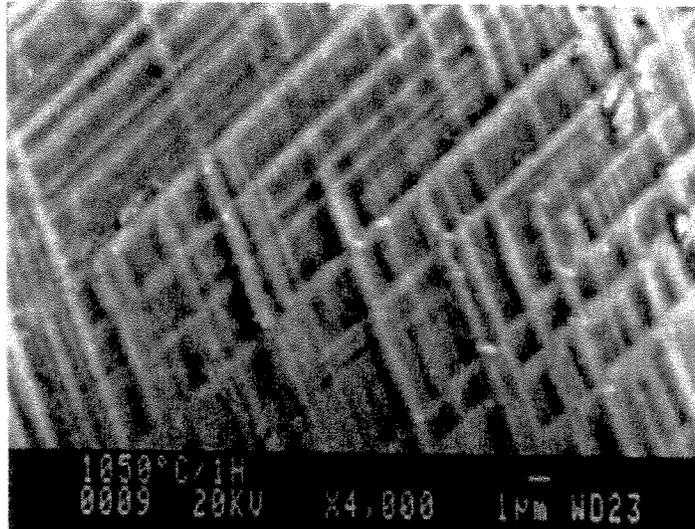


Figura 4.4 MEV, mostrando as placas de martensita- ϵ em amostra deformada, (sexto ciclo), liga A Reagente: 2ml HCl + 2ml HNO₃+ 1ml glicerina, TG = 48 μ m.

Como o objetivo das análises com MEV neste trabalho foi somente verificar a estrutura lamelar para as diferentes condições de TG, figuras 4.3 e 4.4, este estudo teve sua etapa finalizada neste ponto, sendo que um estudo mais aprofundado das placas de martensita, envolvendo MEV, para diferentes microestruturas iniciais submetidas a diversos ciclos de treinamento, será apresentado adiante como proposta para trabalhos futuros.

4.1.2 Liga B

A análise microestrutural das amostras que foram submetidas a seis ciclos de tratamento termomecânico tornou-se um pouco difícil porque a adaptação do reagente colorido para cada condição de TG, número de ciclos e fração volumétrica das fases, não foi satisfatória. A variação desses parâmetros implica que uma fase seja revelada antes que outra em uma mesma amostra, dificultando assim a obtenção de fotos para uma análise qualitativa e quantitativa entre elas.

As figuras 4.5a, 4.5b e 4.6 apresentam uma tentativa desse ataque para a amostra com menor TG da liga B, submetida a cinco ciclos de treinamento no estado deformado. As micrografias obtidas nas figuras 4.5a e 4.5b foram obtidas com o reagente ($K_2S_2O_5 + NH_4HF_2 + H_2O$) após polimento mecânico. O reagente foi eficaz para revelar os contornos de grão austenítico. A região em amarelo mais claro corresponde à fase martensítica- ϵ enquanto que as regiões mais escuras são da fase matriz cfc. Também estão presentes bandas de deformação.

Para se obter as micrografias apresentadas na figura 4.5, o tempo de ataque foi menor (5 a 8 segundos) do que quando comparado com a figura 4.6 (maior tamanho de grão e menor fração volumétrica de martensita- ϵ). O que acontece neste caso, é que as amostras com menor tamanho de grão e maior quantidade de martensita, respondem antes ao reagente a base de ($K_2S_2O_5 + NH_4HF_2 + H_2O$), porque este reagente revela primeiro os contornos de grão, depois a fase martensítica e por fim a fase austenítica.

Outro fator que também interfere na obtenção das fotos é a região analisada. As figuras 4.5a e 4.5b se referem a mesma amostra, porém em regiões diferentes e foram obtidas com o mesmo tempo de ataque. Na amostra 4.5a, que corresponde à região da borda da amostra, existem defeitos provocados pelo corte, reagindo mais intensamente ao ataque.

Ainda na figura 4.5a observa-se a presença de pontos mais escuros distribuídos na superfície da amostra. Como a liga B apresentou um teor muito baixo de carbono (0,009%C) a hipótese desses pontos mais escuros serem precipitação de carbonetos é pouco provável. Tais pontos podem corresponder a uma segunda fase martensítica conhecida como martensita- α' cuja precipitação ocorre com o aumento da deformação ou com o número de ciclos de treinamento [Bergeon, 1995-1998a-b], [Jiang, 1995], [Otubo, 1996-1999], [Gauzzi, 1999] e [Arruda, 1999]. No caso da figura em questão, a amostra analisada correspondeu a microestrutura obtida após o quinto ciclo de treinamento, estado deformado (sem recuperação de forma). Podemos observar que a microestrutura revelou algumas regiões contendo novas orientações de martensita, lado esquerdo indicado pela linha vermelha na figura 4.5a. Estas novas orientações são formadas para melhor acomodar a deformação provocada pela transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$.

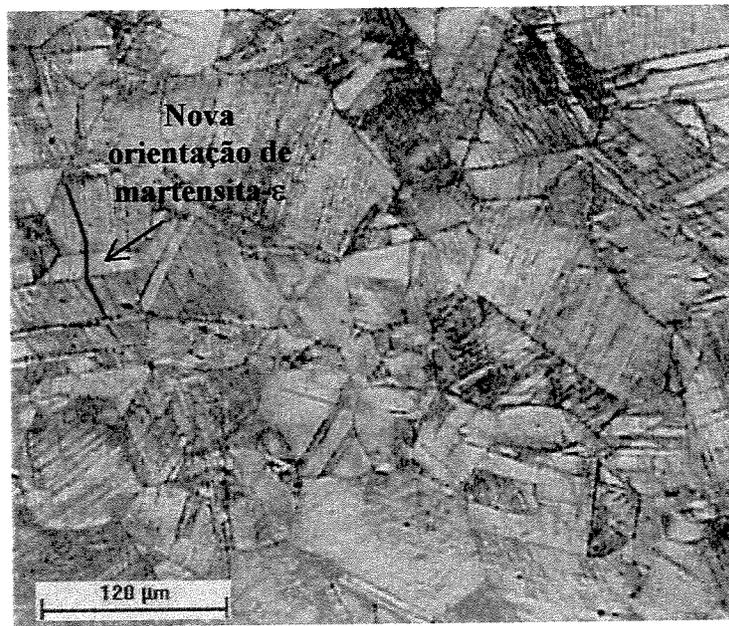


Figura 4.5a Micrografia ótica referente à liga B com TG = 75µm submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado, região próxima à borda. Reagente, 1,2% $K_2S_2O_5$ + 0,5% NH_4HF_2 destilados em H_2O .

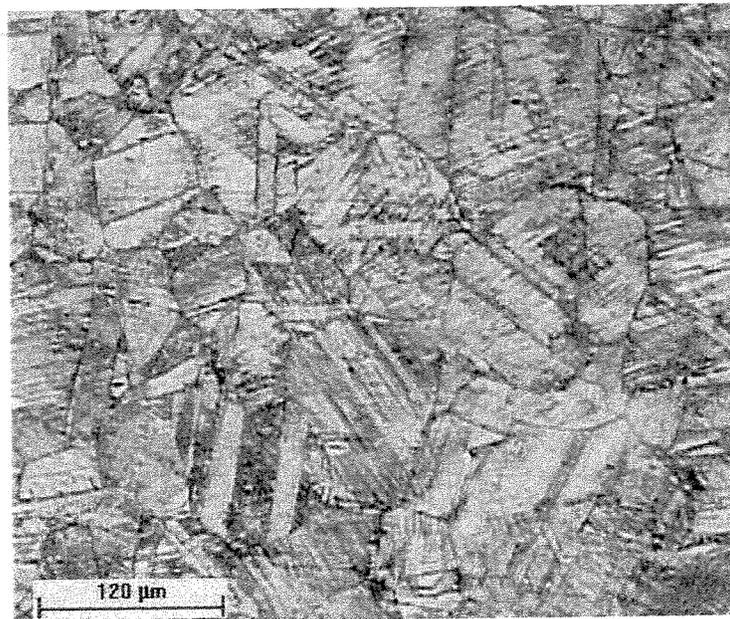


Figura 4.5b Micrografia ótica referente a liga B com TG = 75µm submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado, região central da amostra. Reagente, 1,2% $K_2S_2O_5$ + 0,5% NH_4HF_2 destilados em H_2O .

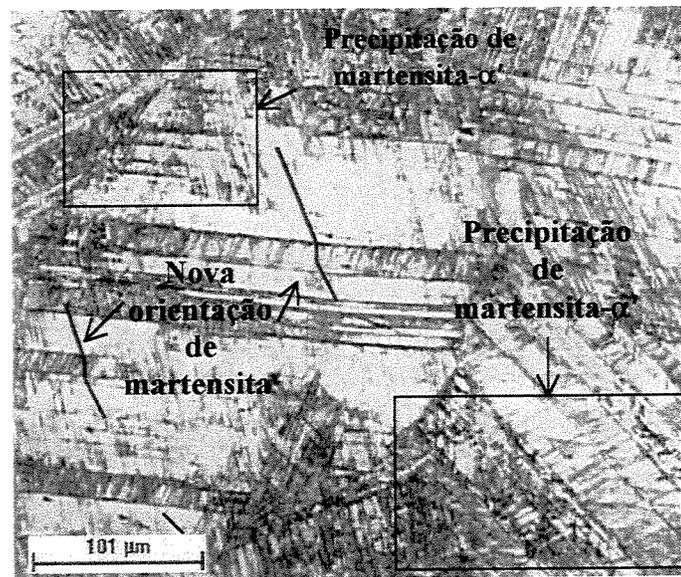


Figura 4.6 Micrografia ótica referente à liga B com $TG = 129\mu\text{m}$ submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado. Reagente, 1,2% $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 0,5% NH_4HF_2 destilados em H_2O .

A figura 4.6 apresenta a microestrutura obtida após cinco ciclos de treinamento para amostra com maior tamanho de grão. Observa-se que a morfologia da martensita-ε foi semelhante a obtida para a amostra com microestrutura mais refinada (figura 4.5). Outro detalhe interessante a ser observado é que na figura 4.6 a possível precipitação da martensita-α' (pontos mais escuros) apareceu em maior quantidade quando comparada a figura 4.5a (menor TG).

Para a amostra com tamanho de grão intermediário, $TG = 106\mu\text{m}$, situação semelhante foi observada (figura 4.7) no que se refere à presença das fases martensítica ε e austenítica.

A continuidade desse estudo no que se refere ao efeito do tamanho de grão na formação da martensita bem como a realização de uma análise quantitativa por metalografia não teve continuidade porque seria necessária uma adaptação do reagente a base de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ e NH_4HF_2 para cada condição estudada, porém a continuidade deste estudo estará proposta como sugestão para futuro trabalho a ser desenvolvido.

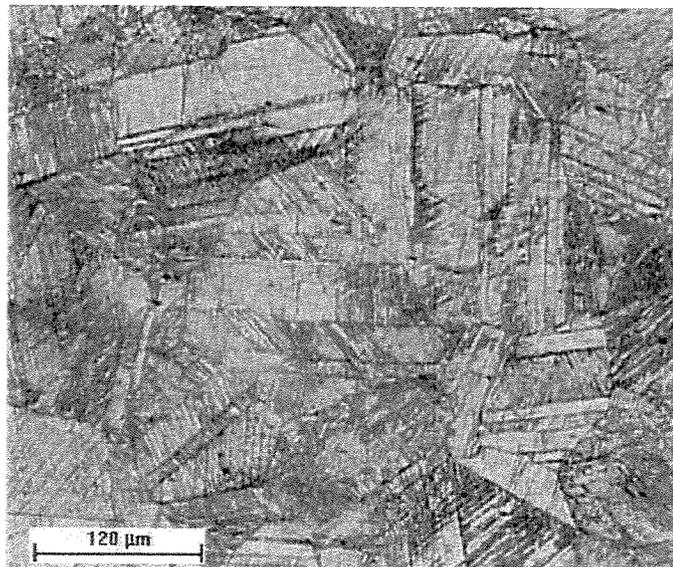


Figura 4.7 Micrografia ótica referente à liga B com $TG = 106\mu\text{m}$ submetida a cinco ciclos de treinamento, estado deformado. Reagente, 1,2% $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ + 0,5% NH_4HF_2 destilados em H_2O .

Uma vez conhecida a microestrutura para ambas as composições estudadas (ligas A e B), e sabendo que em todas as condições de treinamento e tamanho de grão obteve-se duas fases que seriam a austenita- γ (cfc) e martensita- ϵ (hc), o próximo passo de nossa análise foi comprovar a existência dessas fases usando difração de raios X e realizar uma análise quantitativa das fases presentes após o treinamento, uma vez que isto não foi possível por metalografia.

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

4.2.1 Identificação das fases e análise dos difratogramas

Como apresentado no capítulo 3, a técnica de difração de raios X foi utilizada com dois objetivos principais:

- a) identificar as fases formadas decorrentes do treinamento;

b) determinar a fração volumétrica da martensita- ϵ

Identificação das fases

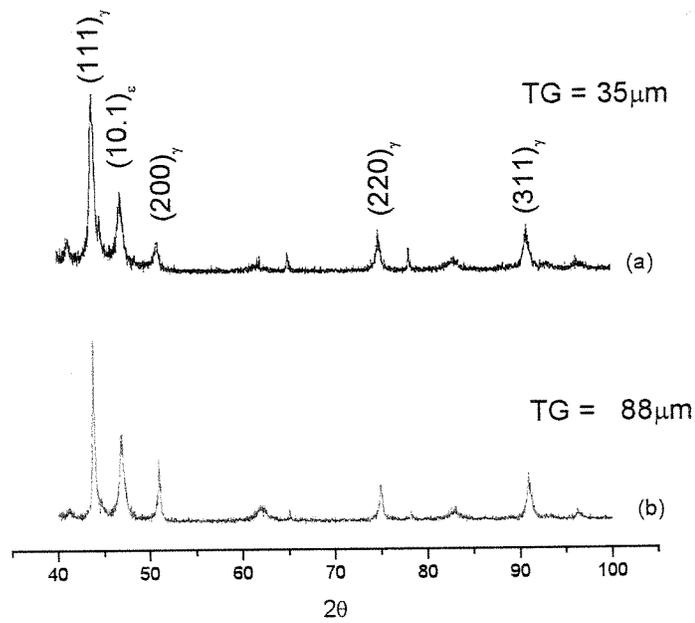
Tanto para a liga A quanto para a liga B, foi possível identificar as fases: austenita γ (cfc) e martensita ϵ (hc) a partir dos picos de reflexão obtidos com a radiação ($\text{CuK}\alpha$).

Os picos (111), (200), (220), (311), (10.0), e (10.1) foram identificados utilizando a lei de Bragg e também a partir da comparação com espectros apresentados na literatura para o mesmo tipo de liga e mesma radiação, [Cullity, 1978], [Mirkin, 1963], [Jee, 1995], [Yang, 1995], [Ariapour, 1999].

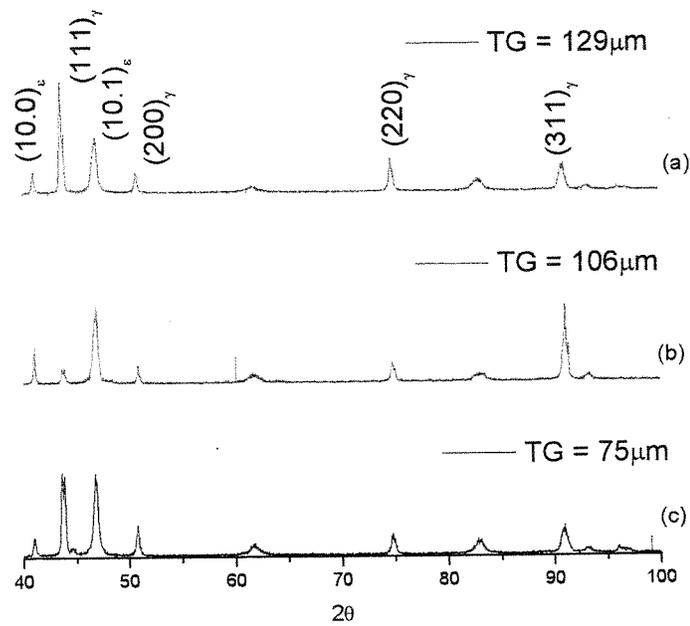
Os espectros a seguir (figuras 4.8a e 4.8b) apresentam os difratogramas obtidos para as amostras no estado simplesmente solubilizado com maior e menor TG respectivamente referente à liga A (figura 4.8a) e para todos os TG da liga B (figura 4.8b).

Na figura 4.8a somente são apresentados os difratogramas para as amostras com maior e menor tamanho de grão porque inicialmente não haviam sido previstas análises de raios X para esta parte do experimento.

Cuidados devem ser tomados nas etapas de preparação de amostras, pois a martensita- ϵ pode ser induzida mecanicamente durante o lixamento e mascarar os resultados. A temperatura de início de transformação da fase austenítica para martensítica (M_I) nesse tipo de liga está um pouco acima da temperatura ambiente. Usando ensaios de dilatométrica, Otubo, J. [Otubo, 1996] obteve uma temperatura de início de transformação inferior a 50°C . Matsumura e colaboradores [Matsumura, 2000] trabalhando com a liga Fe-28Mn-6Si-5Cr obtiveram uma temperatura M_I próxima a 20°C .



a) Liga A



b) Liga B

Figura 4.8 Espectro de raios X para o estado simplesmente solubilizado.

A tabela 4.1 apresenta uma relação dos planos (hkl) e do ângulo de Bragg utilizados para a identificação das fases presentes.

Tabela 4.1 Identificação dos planos (hkl) referentes às fases austenítica e martensítica [Cullity, 1978], [Mirkin, 1963], [Jee, 1995], [Yang, 1995], [Ariapour, 1999].

Fase	Plano (hkl)	2θ
Austenita-γ (cfc)	(111)	43,7
	(200)	50,7
	(220)	74,8
	(311)	90,8
Martensita-ε (hc)	(10.0)	41,0
	(10.1)	46,9
	(10.2)	62,0

Quando as amostras são deformadas pelo treinamento, ocorre a transformação $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc})$. Como esta situação corresponde a um aumento da fração volumétrica da martensita-ε tem-se como resultado um aumento relativo na intensidade integrada dos picos referentes à fase martensítica e um decréscimo na intensidade dos picos da fase austenítica. Esta situação pode ser observada na figura 4.9 onde se tem o espectro de raios X para os estados solubilizado a 1050°C, deformado e recuperado (sexto ciclo) para a condição de menor TG (35μm). Difrátogramas de raios X semelhantes aos da figura 4.9 também foram encontrados para as outras condições de tamanho de grão.

Resultados similares mostrando o aumento da fase martensítica com a deformação através de espectros de difração de raios X para o mesmo tipo de radiação também são apresentados por vários autores, [Tamarat,1992], [Jang, 1995], [Jee, 1995 e 1999], [Gauzzi, 1999a-b], [Zang, 1999], [Arruda, 2000].

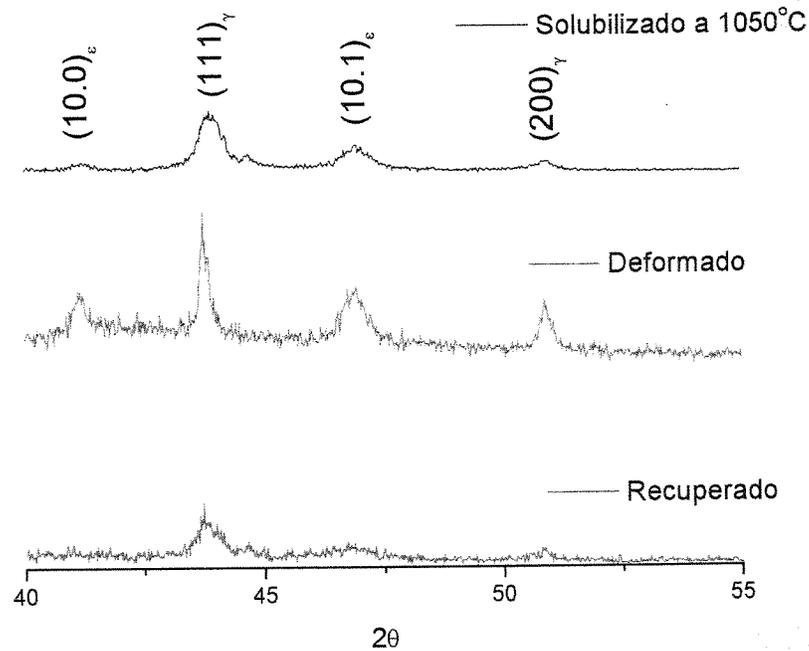


Figura 4.9 Comparação dos difratogramas de raios X da liga A para os diferentes estados (solubilizado, deformado e recuperado) em amostras com $TG = 35\mu\text{m}$.

Nas figuras 4.10 e 4.11 estão apresentados somente os picos de maior intensidade referentes às fases γ e ϵ após o sexto ciclo de treinamento para os estados deformado e recuperado respectivamente. Comparando as duas figuras observa-se que o pico (10.1) referente à fase martensítica praticamente desaparece para o estado recuperado indicando a reversão da martensita para a fase matriz γ .

A identificação das fases para o estado deformado referente a liga B, também foi feita utilizando o mesmo procedimento adotado para a liga A. Porém, como citado no capítulo 3, a liga B foi analisada entre os ciclos de deformação, diferente da liga anterior, cuja análise foi realizada somente no sexto ciclo. A figura 4.12 apresenta os espectros obtidos para as três condições de TG da liga B, para os ciclos: (1), (3) e (6). Para analisar a evolução da martensita- ϵ foram escolhidos o primeiro ciclo de deformação (estágio inicial da transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$), estágio intermediário de treinamento (terceiro ciclo) e o último ciclo.

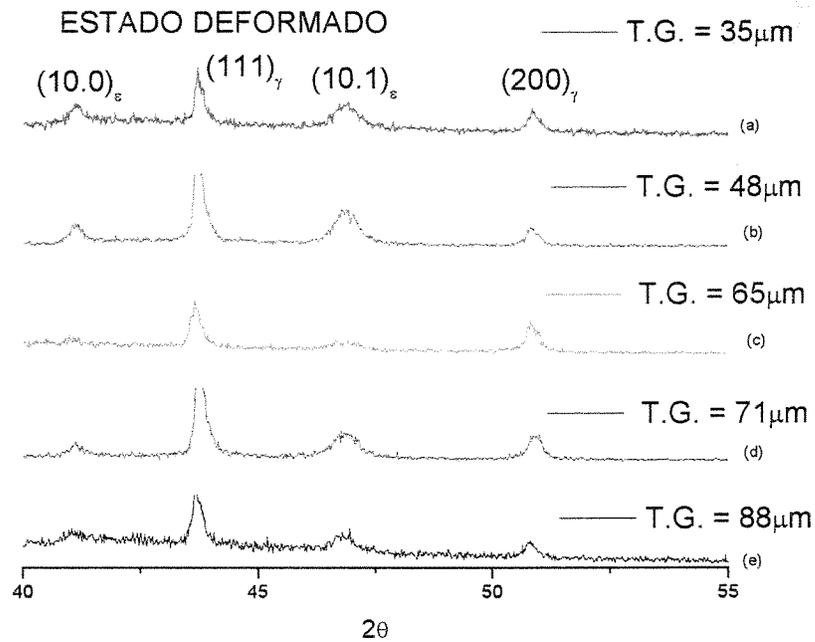


Figura 4.10 Espectro de raios X obtido para os estado deformado no sexto ciclo de compressão. Liga A.

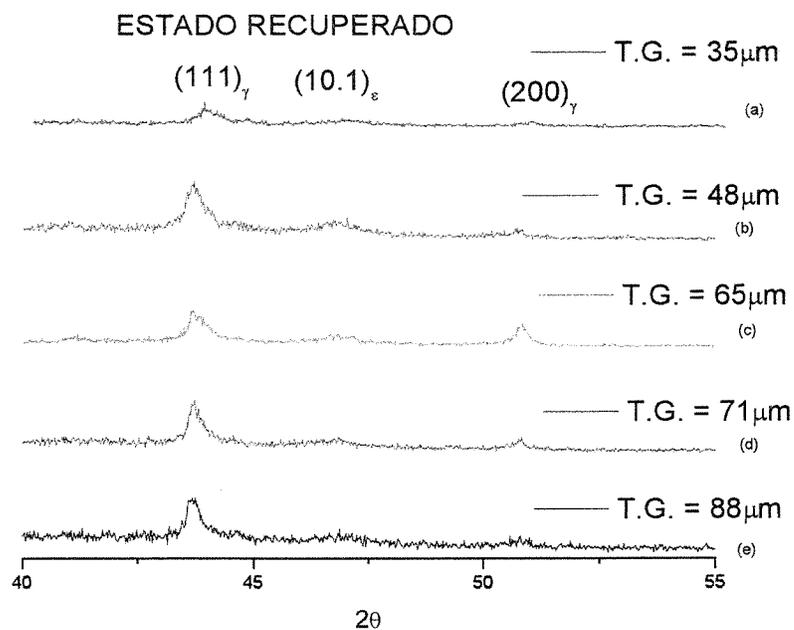


Figura 4.11 Espectro de raios X obtido para os estado recuperado no sexto ciclo de compressão.

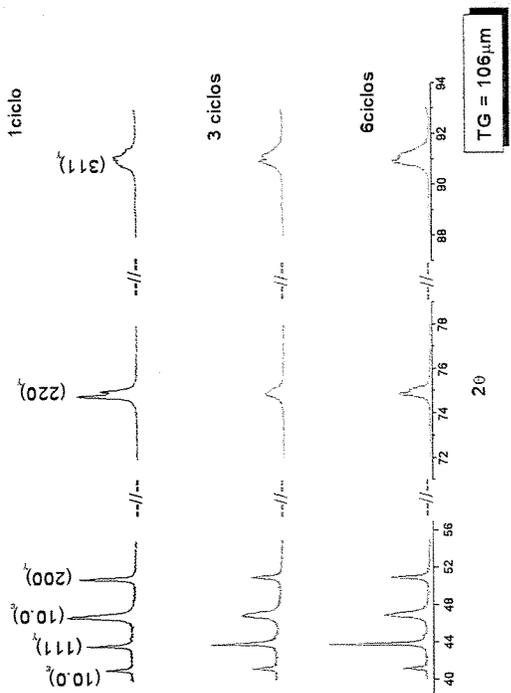


Tabela 4.2 Regiões do espectro para identificação das fases (cfc) e (hc)

Varição de 2θ (graus)	(hkl)
38 – 56	(10.0), (111), (10.1) e (200)
71-79	(220)
87-94	(311)

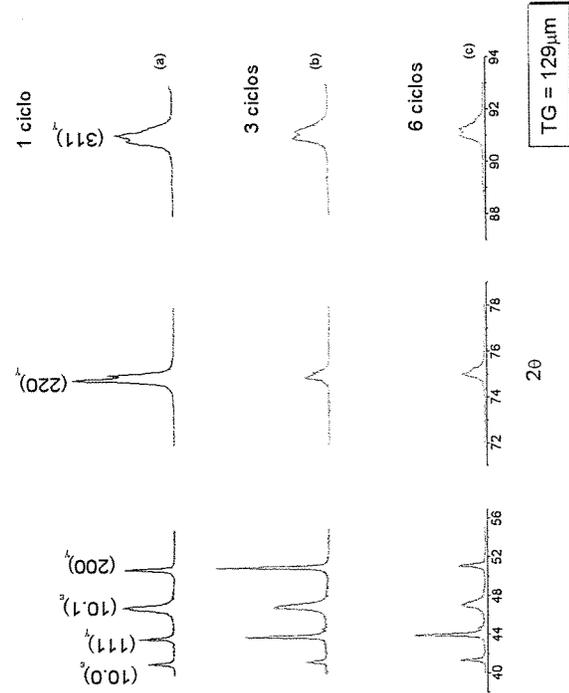
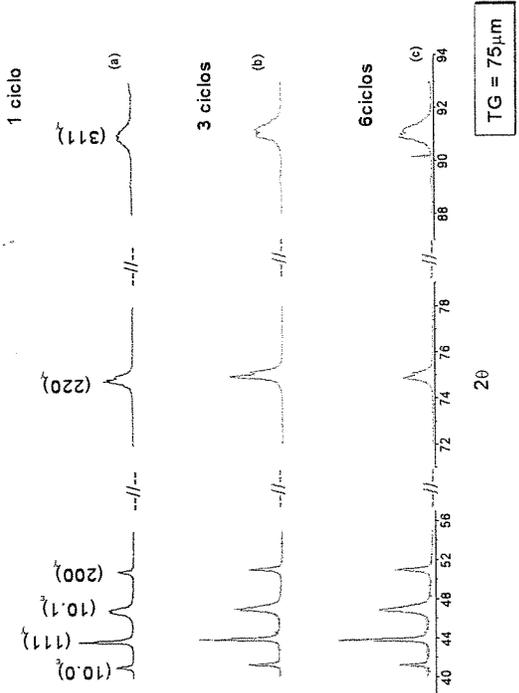


Figura 4.12 Espectros de raios X obtidos para o estado deformado no primeiro, terceiro e sexto ciclo de compressão, TG= 75, 106 e 129 μm, liga B.

Foi observado para a liga A que existiam algumas regiões do espectro que não apresentavam reflexões, motivo pelo qual quando da análise para a liga B esses intervalos foram retirados, conforme os espectros apresentados na figura 4.12. A primeira região do espectro que vai de 38 a 56° é uma das mais importantes, pois é a região na qual são detectados os principais picos das fases martensítica ϵ e austenítica.

A figura 4.13 apresenta um espectro de raios X obtido para a liga B indicando a variação da intensidade integrada dos picos para o estado deformado e após a recuperação de forma para a condição de menor TG (75 μ m). Como discutido anteriormente, o espectro apresentado indica a região onde os principais picos foram detectados.

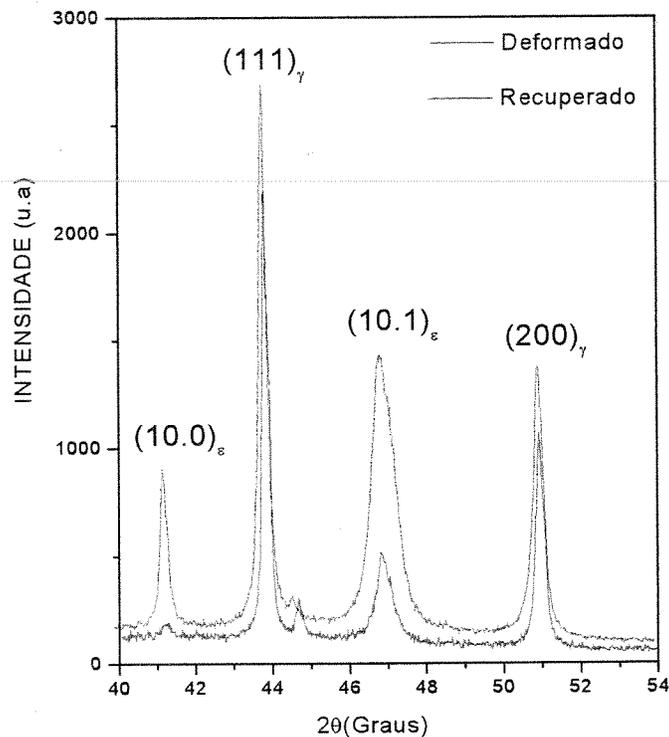


Figura 4.13 Espectro de raios X referente a amostra com TG = 75 μ m para os estados deformado e recuperado, liga B, sexto ciclo.

Os espectros apresentados nas figuras 4.12, obtidos para as outras condições de TG e para todos os ciclos de treinamento da liga B, apresentaram características semelhantes às observadas na figura 4.13 e por isso não foram colocados na tese.

4.2.2 Parâmetro de rede - relação c/a para martensita- ϵ

A relação c/a da martensita- ϵ é um parâmetro muito importante no que diz respeito à recuperação de forma das ligas com EMF. Otubo [Otubo, 1996] trabalhando com ligas a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-(Co) encontrou uma razão c/a próxima a 1,64 valor acima da relação 1,633¹ calculada na literatura [Cullity, 1978]. Uma das justificativas encontradas por Sato e colaboradores [Sato, 1986] para as ligas a base de Fe-Mn-Si apresentarem uma recuperação de forma maior está relacionada com o aumento da relação c/a devido ao aumento da adição de Si, que também contribuiu para o abaixamento da EDE.

A relação entre o aumento de recuperação de forma e o aumento da tetragonalidade ainda é um ponto que não está muito bem esclarecido pela literatura. De acordo com estudos realizados por Otubo [Otubo, 1996] uma das condições para que se tivesse um bom EMF consistiria em que as martensitas fossem em forma de placas e que a interface entre a austenita e a martensita fosse móvel, o que seria favorecido com o aumento da tetragonalidade, pois esta condição favoreceria a maclação que é uma das condições para a acomodação da deformação de Bain [Otubo, 1996].

Na década de 90 Rong e colaboradores [Rong, 1995] observaram que uma liga a base de Fe-30Mn-6Si apresentava uma razão c/a de, aproximadamente, 1,620 com recuperação de forma de 40%. Porém, segundo Rong, quando Ni e Cr eram adicionados à liga, a relação entre os parâmetros de rede passava para 1,656 elevando a recuperação de forma para 58%.

Ariapour e colaboradores [Ariapour, 1999] mais tarde também verificaram a influência da composição na razão c/a . Segundo estes autores, quando o nitrogênio era adicionado nas ligas à base de Fe-Mn-Cr-Ni-Si, a relação c/a sofria um considerável aumento, chegando próximo a 1,6886.

¹ A relação c/a é obtida a partir da resolução de duas equações que relacionam os índices de Miller (hkl) e os parâmetros a e c respectivamente para o sistema hexagonal. Maiores informações poderão ser obtidas na referência [Cullity, 1978].

Porém, neste caso, não foi observada nenhuma melhora na recuperação de forma. Segundo Ariapour e colaboradores, se por um lado o nitrogênio aumentava a relação c/a , por outro diminuía os pontos de nucleação da martensita- ϵ , aumentando a EDE e diminuindo a recuperação de forma. O que podemos afirmar, é que para ligas a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com EMF, a relação c/a apresenta um valor maior do que o previsto pela literatura (1,633).

Na tabela 4.3 e na figura 4.14 é apresentada a variação da relação c/a para a liga A em função do TG para o último ciclo de treinamento referente ao estado deformado. Os valores encontrados estão entre 1,635 (TG = 35 μ m) e 1,643 (TG = 88 μ m). Resultados próximos também foram encontrados para a liga B. Esta análise não foi feita para o estado recuperado, pois para determinação dos parâmetros c e a são necessários os picos (10.0) ϵ e (10.1) ϵ e como visto na figura 4.9 o estes picos referente à fase martensítica ϵ praticamente desapareceram após a recuperação. O parâmetro de rede a não foi afetado pelo TG entre 35 e 88 μ m na liga A. O parâmetro de rede c permaneceu praticamente constante em função do tamanho de grão exceto para TG = 35 μ m. Isto leva-nos a supor que a relação c/a não é influenciada pelo TG da liga, permanecendo praticamente constante, tabela 4.3 e figura 4.14.

Tabela 4.3 Relação c/a para o sexto ciclo de treinamento – estado deformado – liga A.

TG (μ m)	a (Å)	c (Å)	c/a
35	2,549	4,168	1,635
48	2,549	4,187	1,643
65	2,549	4,186	1,642
71	2,549	4,187	1,643
88	2,549	4,187	1,643

Uma vez que as fases austenítica e martensítica foram identificadas por metalografia ótica e a presença destas fases foi confirmada por difração de raios X, nos resta saber o quanto de martensita foi induzida durante a deformação com o treinamento para que possamos futuramente avaliar o efeito do TG na recuperação de forma.

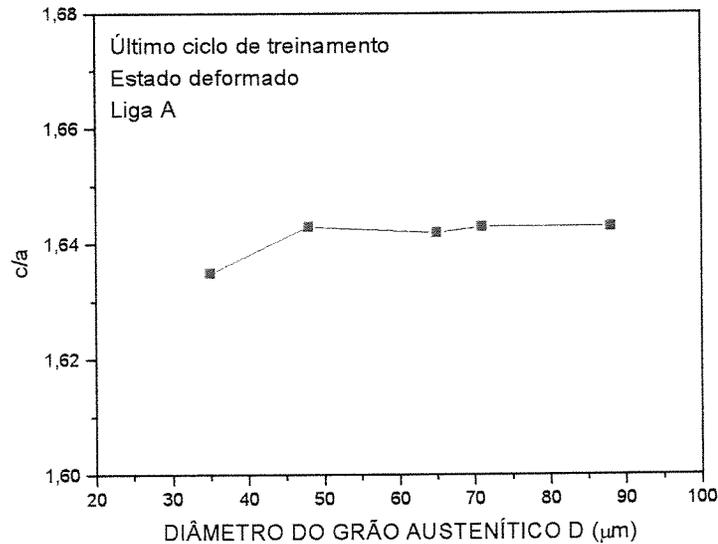


Figura 4.14 Relação c/a em função do diâmetro médio do grão austenítico para a amostra do último ciclo de treinamento da liga A. Estado deformado.

4.2.3 Análise quantitativa da martensita- ϵ após os ciclos de treinamento

4.2.3.1 Liga A

A influência do TG na fração volumétrica da martensita- ϵ não é tão evidente quando se analisa somente a intensidade dos picos. Por isso toda a análise quantitativa foi feita a partir da intensidade integrada de cada pico (hkl) e (hk.l) utilizando um ajuste gaussiano através das medidas de amplitude a largura a meia altura do pico.

A fração volumétrica da martensita- ϵ para o estado simplesmente solubilizado foi estimada somente para as amostras com diâmetro médio de grão de 35 e 88 μm (tabela 4.4), porque, inicialmente, não foram planejadas as análises de difração de raios X para a liga A. Na mesma tabela e na figura 4.15 observa-se os valores da fração volumétrica de martensita- ϵ das amostras deformadas e recuperadas no último ciclo de treinamento.

Na figura 4.15 observa-se que no estado deformado houve um aumento na quantidade de martensita com a redução do TG, indicando que o refinamento do grão facilitou a transformação $\gamma(\text{cfc}) \rightarrow \epsilon(\text{hc})$.

Tabela 4.4 Fração volumétrica da martensita- ϵ para os diferentes estados da liga A com diversos tamanhos de grão.

T.G (μm)	ESTADO		
	Solubilizado	Deformado	Recuperado
35	4	68 +/- 19	6 +/- 3
48	N.A	66 +/- 26	12 +/- 8
65	N.A	55 +/- 24	15 +/- 12
71	N.A	53 +/- 26	16 +/- 10
88	6	31 +/- 16	24 +/- 16

N.A. = Não analisado

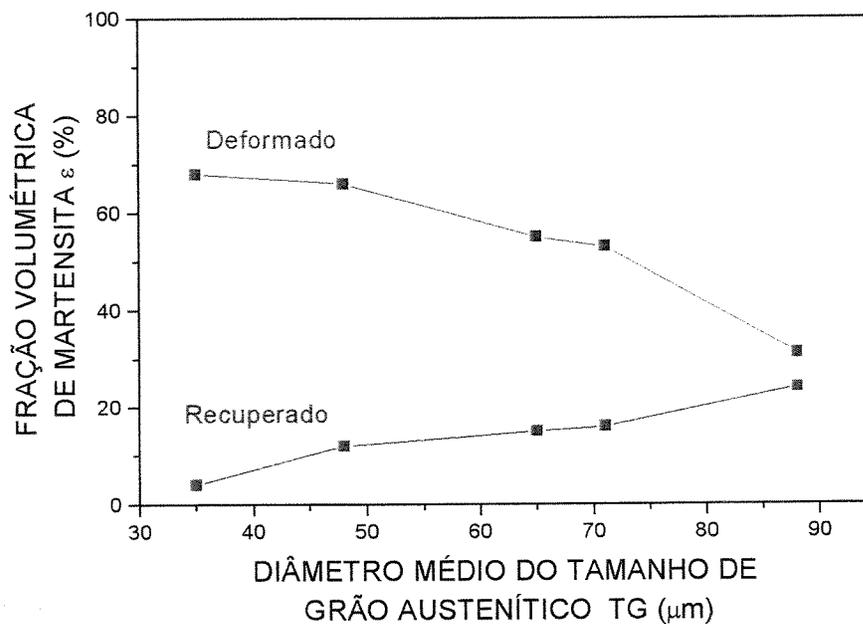


Figura 4.15 Fração volumétrica média da martensita- ϵ em função do tamanho de grão para os estados: deformado e recuperado. Último ciclo de treinamento, liga A.

Fazendo a análise estatística dos resultados apresentados na tabela 4.4, Apêndice I, observa-se que apesar do desvio padrão encontrado ser alto (refletindo a microestrutura heterogênea) existiu uma diferença significativa na fração volumétrica de martensita- ϵ (estados deformado e recuperado), principalmente quando as condições de menor e maior tamanho de grão foram comparadas (35 e 88 μm , liga A).

O método utilizado para análise estatística neste caso foi a comparação de médias tomando-se um valor como referência [Barros, 2001] que neste caso correspondeu a 68% e 6% de martensita- ϵ para os estados deformado e recuperado. Maiores detalhes estão apresentados no Apêndice I.

Efeito do tamanho de grão durante a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$

De acordo com o resultado apresentado na figura 4.15 observamos que o refinamento do grão facilitou tanto a transformação direta quanto à reversão da martensita- ϵ . Existem três hipóteses que podem ser analisadas para explicar este resultado. A primeira delas sugere que o contorno de grão atua como uma região de acomodação da deformação, a segunda hipótese supõe que a martensita- ϵ nucleia preferencialmente no contorno de grão e finalmente as duas hipóteses anteriores poderiam estar acontecendo simultaneamente. Estas hipóteses são válidas para as ligas A e B.

Hipótese I

Estudos recentes realizados por Bergeon e colaboradores [Bergeon, 2000] indicam que a existência de lamelas intercaladas com as fases γ e ϵ (cuja largura é da ordem de nm) estariam distribuídas aleatoriamente no interior do grão austenítico. Estas lamelas atuariam como pequenos sítios de nucleação para a fase martensítica. Durante a deformação as placas de martensita- ϵ começariam a crescer a partir dessas lamelas pré-existentes sendo que a deformação por cisalhamento que ocorre durante a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ seria acomodada no contorno de grão [Otubo, 2002]. Para se obter esta estrutura com presença dessas martensitas pré-existentes, segundo Ogawa e Kajiwara [1993] e [Kajiwara 1999] é necessário aplicar um tratamento termomecânico prévio no material que consiste de uma pequena deformação. Esta pequena deformação resultaria na introdução de defeitos (falhas de empilhamento) para nuclear a martensita.

Segundo Bergeon de colaboradores [2000] se o tamanho de grão for grande o que significa uma menor quantidade de contornos de grão, novas variantes de martensita são ativadas para melhor acomodar a deformação. Se o tamanho de grão for pequeno, existem mais regiões onde esta deformação pode ser acomodada, facilitando então a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$.

A alta fração volumétrica de martensita- ϵ induzida para as amostras com menor tamanho de grão, embora não tenham sido feitas análises de MET para observação desses sítios de nucleação, possa ser atribuída a formação de núcleos em escala nanométrica distribuídas no volume como um todo.

Hipótese II

Uma outra hipótese é a nucleação da martensita em contorno de grão como previsto por Xia e colaboradores [Xia, 1997] e [Nicholson, 1968]. Se essa hipótese for correta quanto menor o tamanho de grão maior será a superfície total de contornos por unidade de volume, corroborando portanto para uma maior fração volumétrica da fase ϵ . Esta análise vem ao encontro aos nossos resultados, onde na figura 4.15 a análise quantitativa levou a concluir que as amostras com menor TG induziram mais facilmente a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$, verificando uma das hipóteses levantadas no capítulo introdutório desta tese.

Hipótese III

O terceiro caso, seria a situação em que tanto a hipótese I como a II ocorreriam simultaneamente. Ou seja, o contorno de grão atuaria como uma região de nucleação da martensita e de acomodação da deformação produzida pelo crescimento das placas de martensita. Como as amostras com menor TG apresentam mais contornos de grão resultaram em uma maior quantidade de martensita- ϵ .

Efeito do tamanho de grão durante a reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$

Ainda na figura 4.15 pode-se analisar a fração volumétrica da fase ϵ após o tratamento térmico ($600^\circ\text{C}/30'/\text{H}_2\text{O}$) de recuperação de forma no último ciclo. Observa-se que a quantidade de martensita- ϵ para o menor TG ($35\mu\text{m}$) e o maior TG ($88\mu\text{m}$) foram de, respectivamente, 6 e 24%. Ou seja, na amostra com menor tamanho de grão a transformação reversa $\epsilon \rightarrow \gamma$ foi praticamente completa pois chegou a 6%, atingindo quase o mesmo nível do estado solubilizado (4%), enquanto que aquela com $88\mu\text{m}$ apresentou martensita residual de 18% uma vez que no estado solubilizado o teor de martensita era de 6%. Isto significa que o refinamento do grão também facilitou a reversão da martensita para austenita.

Como é conhecido da literatura, a reversão para fase matriz ocorre através do movimento reverso das discordâncias parciais de Shockley. Nessas condições o caminho que as discordâncias parciais de Shockley teriam que percorrer para mover a interface martensita/austenita e reverter para a fase austenítica seria menor, sendo facilitada a reação reversa $\epsilon \rightarrow \gamma$. As hipóteses I, II e III apresentadas no item 4.2.3.1 também são válidas para a reversão da martensita- ϵ em austenita.

4.2.3.2 Liga B

O mesmo procedimento adotado para a liga A, foi utilizado para a liga B, porém, como mencionado no capítulo 3, esta análise foi feita para todos os ciclos. A tabela 4.5 e as figuras 4.16 e 4.17 apresentam a variação da fração volumétrica para a martensita- ϵ para o estado deformado e recuperado, respectivamente, para os ciclos (1), (3) e (6).

Na tabela 4.5 são apresentados os resultados da análise quantitativa para os ciclos (1), (3) e (6) porque além de avaliar o efeito do TG na transformação e reversão da martensita, neste caso, também será analisado o efeito dos tratamentos nos estados deformado e recuperado, situação que não foi analisada para a liga A

O desvio padrão da fração volumétrica média apresentado tanto na tabela 4.4 (liga A) como na tabela 4.5 (liga B) refletiu o efeito da intensidade integrada dos picos de difração das fases γ e ϵ . Alguns resultados apresentados na literatura fazem esta estimativa levando-se em consideração somente o pico $(111)_\gamma$ ou $(200)_\gamma$ por serem os mais definidos [Jun, 1998a]. Em nosso caso, não foram obtidos picos bem definidos de difração, sendo que em alguns casos houve a necessidade de um refinamento para diminuir o background.

Outro fator importante é que o tratamento térmico inicial para obtenção de amostras com diferentes tamanhos de grão (tabela 3.2 e figura 3.7) resultou em uma microestrutura heterogênea para ambas as ligas estudadas. Isto significa que a quantidade de martensita induzida em cada grão de uma mesma amostra foi diferente, por isso optou-se em trabalhar com a média das frações volumétricas.

Se a microestrutura obtida tivesse sido homogênea, a intensidade integrada de qualquer pico de difração do espectro resultaria em valores muito próximos, podendo-se, portanto trabalhar apenas com os picos mais definidos de cada fase.

O mesmo método que foi utilizado para análise estatística da fração volumétrica da martensita- ϵ na liga A, foi aplicado na liga B. Os resultados indicaram que estatisticamente não houve variação da fração volumétrica de martensita em função do número de ciclos, uma vez que o intervalo de confiança conteve o valor de referência utilizado para um nível de 95% de confiança. Porém quando a análise foi realizada comparando-se diferentes tamanhos de grão para o mesmo número de ciclos de treinamento observou-se que estatisticamente existiu uma diferença da quantidade de martensita induzida durante o treinamento em função do tamanho de grão, indicando que o refinamento da microestrutura facilitou a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ (estado deformado) e também a reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$ (estado recuperado). Maiores detalhes estão apresentados no Apêndice I.

Tabela 4.5 Variação da fração volumétrica da martensita- ϵ em função do número de ciclos para diferentes condições de tamanho de grão. Estados deformado e recuperado – liga B.

TG (μm)	NC	Estado Deformado	Estado Recuperado
75	1	55+/- 13	-
75	1	-	31+/- 21
75	3	62+/-12	-
75	3	-	35+/-25
75	6	65+/-13	-
75	6	-	42+/-25
106	1	52 +/-12	-
106	1	-	38+/-23
106	3	60+/-11	-
106	3	-	39+/-16
106	6	61+/-13	-
106	6	-	51+/-10
129	1	41+/-28	-
129	1	-	39+/-15
129	3	42+/-34	-
129	3	-	40+/-22
129	6	49+/-34	-
129	6	-	47+/-15

Como será visto a seguir, com base na tabela 4.5 foram obtidas as figuras 4.16 e 4.17 que correspondem aos estados deformado e recuperado, respectivamente. A partir da análise destas figuras pode-se avaliar o efeito do tamanho de grão e o efeito dos ciclos de treinamento na indução e reversão da martensita- ϵ .

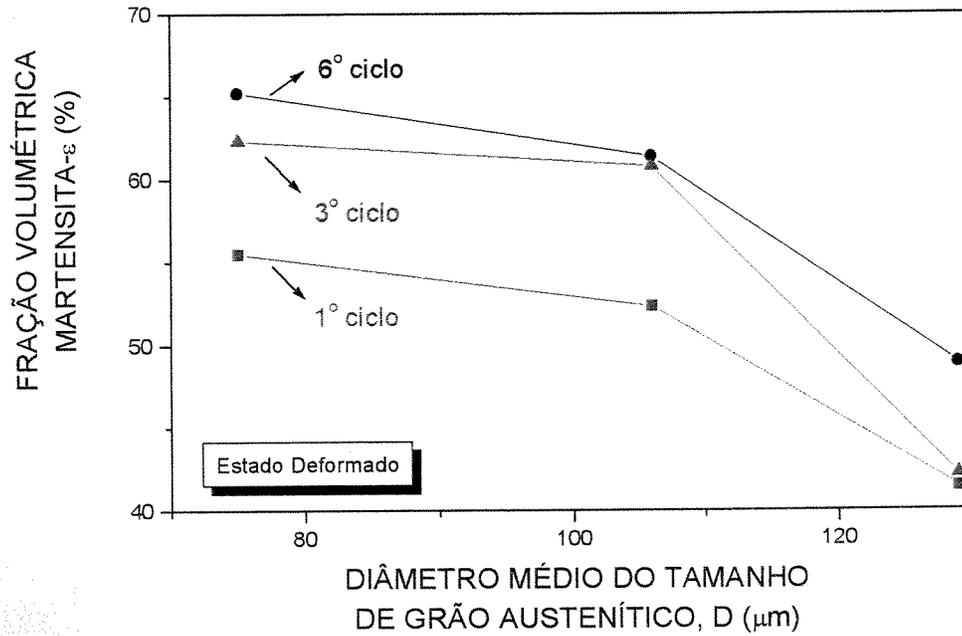


Figura 4.16 Fração volumétrica da martensita-ε em função do TG para os ciclos (1), (3) e (6) no estado deformado, liga B.

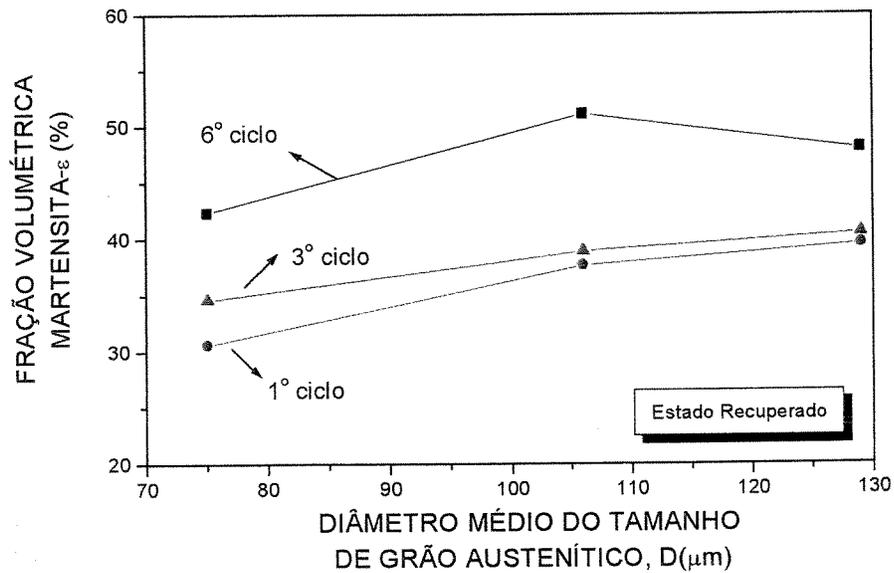


Figura 4.17 Fração volumétrica da martensita-ε em função do TG para os ciclos (1), (3) e (6) no estado recuperado, liga B.

Efeito do tamanho de grão na transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ e na reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$

As mesmas hipóteses formuladas para a liga A também são válidas para a liga B onde as amostras com menor tamanho de grão facilitaram tanto a transformação da austenita em martensita- ϵ como também a reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$.

Efeito do treinamento na transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ e na reversão $\epsilon \rightarrow \gamma$

O fato do treinamento provocar um aumento na fração volumétrica da martensita- ϵ é conhecido na literatura [Xia, 1997], [Maki, 1993] e [Wang, 1993]. Wang e colaboradores [Wang, 1993] observaram que o treinamento produz defeitos de empilhamento que podem atuar como nucleação da martensita, cuja densidade aumenta com o treinamento. Ogawa e colaboradores [Ogawa, 1993] e mais recentemente Bergeon e colaboradores [Bergeon, 2000] afirmaram que o treinamento contribuiu para a formação de bandas com estrutura lamelar contendo uma mistura de fases γ e ϵ . Essas bandas estariam na ordem de nanômetros sendo de grande importância durante a reversão da martensita diminuindo o caminho percorrido pelas discordâncias parciais. Além disso

o treinamento permite que as variantes de martensita que não contribuem na direção de solitação sejam eliminadas em prol das que contribuem para a deformação.

4.2.3.3 Liga A versus Liga B

Apesar das diferenças dos teores de cobalto, silício, manganês e cromo entre as ligas A e B serem pequenas, tabela 3.1 (capítulo 3) torna-se difícil de avaliar como e quanto a diferença na composição química afetou para a formação e reversão da martensita.

Para se ter uma idéia da influência da composição química, Maki e colaboradores [Maki, 1993] observaram que amostras que apresentavam teores mais elevados de silício, podiam induzir mais facilmente a martensita, uma vez que este elemento de liga contribuí para um abaixamento na

energia de defeito de empilhamento (EDE). O cobalto também é um elemento importante, pois segundo Jun e colaboradores [Jun, 1998] o número de placas de martensita aumenta com a elevação do teor de cobalto.

Considerando as duas ligas A e B com maior proximidade de tamanho de grão ($TG = 71\mu\text{m}$ para a liga A e $TG = 75\mu\text{m}$ para a liga B), verificamos que no estado deformado as ligas A e B apresentaram, respectivamente, 53 e 65% de martensita. Após a recuperação de forma estes valores caíram para 16 e 42%, respectivamente, indicando que para o mesmo tamanho de grão a liga B teve maior dificuldade de reversão da martensita em austenita que a liga A (37% de reversão para a liga A e 23% de reversão para a liga B, figura 4.18). Essa maior dificuldade está associada a diferença de composição química embora não se possa precisar os efeitos isolados de cada elemento químico.

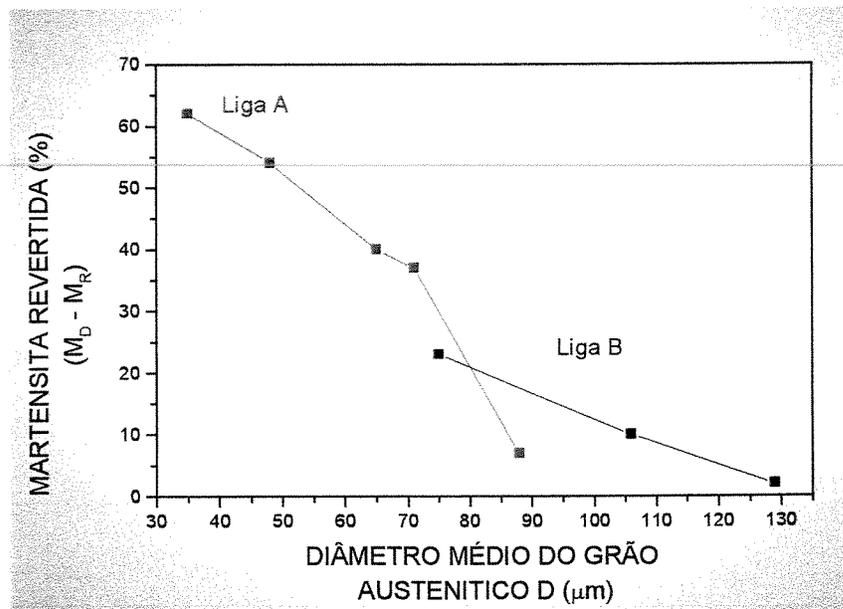


Figura 4.18 Fração volumétrica de martensita- ϵ revertida para austenita em função do tamanho de grão de amostras das ligas A e B, último ciclo de treinamento.

Na figura 4.18 fica claro que o refinamento do grão favorece a reação $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ nos dois sentidos pois o diferencial $(M_D - M_R)^*$ cresceu com a redução do tamanho de grão, o que significa que a redução do TG aumenta a formação de martensita com a deformação (M_D) e facilita sua reversão para austenita com a recuperação (M_R).

4.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.3.1 Dureza Vickers – liga A

As variações da dureza Vickers em função do tamanho de grão para os estados solubilizado, deformado e recuperado (sexto ciclo) estão apresentadas na tabela 4.6 e na figura 4.19 para a liga A. Antes dos ciclos de treinamento (estado solubilizado) a dureza cresce com a redução do TG, pois o contorno de grão funciona como uma barreira para a movimentação das discordâncias aumentando a resistência ao escoamento e conseqüentemente a dureza do material, pois o teor de martensita- ϵ nestas amostras é muito pequeno (4 a 6%), sendo a amostra praticamente austenítica.

Esta situação também se repete para o estado deformado, porém os valores de dureza nessas condições são maiores, devido o aumento da fração volumétrica de martensita- ϵ (que deve ser uma fase de dureza mais que a austenita) com a redução do TG. O teor de martensita- ϵ passou de até 6% (estado solubilizado) para 60% (estado deformado). Outro fator é a criação de discordâncias pela própria deformação.

Estatisticamente não podemos afirmar que houve um decréscimo na dureza para o estado solubilizado quando comparamos os tamanhos de grão de 35 e 48 μm (dureza Vickers: 230 +/- 12 e 229 +/- 12 respectivamente), pois o intervalo de confiança para a média 229 a 95% de certeza contém o valor de referência (230) para o estado solubilizado.

* M_D = teor de martensita- ϵ após a deformação
 M_R = teor de martensita- ϵ após a recuperação

Tabela 4.6 Dureza Vickers para os estados solubilizado, deformado e recuperado no último ciclo de treinamento, liga A.

DUREZA VICKERS (HV)			
Tamanho de grão (TG) D (μm)	Solubilizado	Deformado	Recuperado
35	230+/-12	297+/-18	255+/-8
48	229+/-12	286+/-15	267+/-12
65	255+/-10	282+/-14	270+/-15
71	223+/-8	279+/-12	271+/-15
88	209+/-6	271+/-10	267+/-18

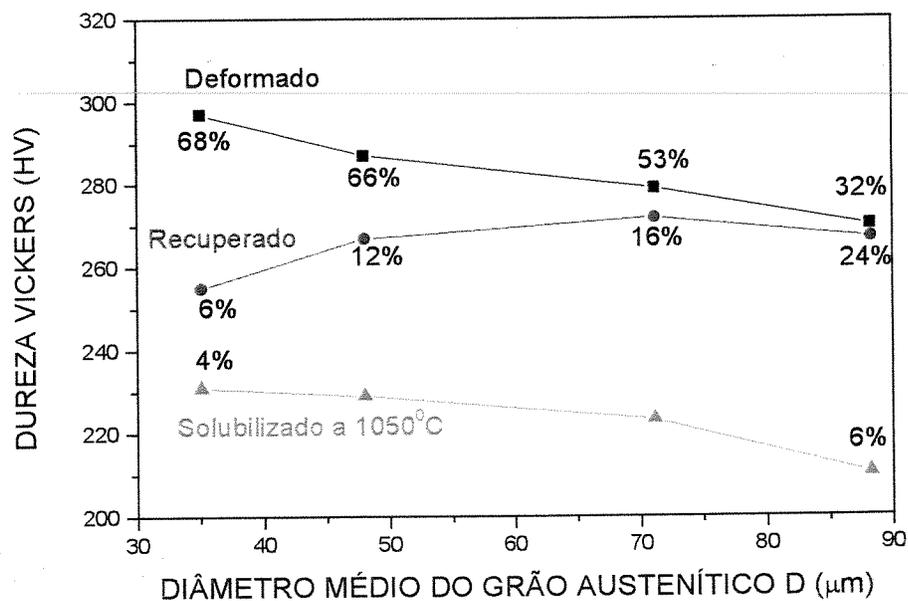


Figura 4.19 Variação da dureza Vickers em função do tamanho de grão para os estados: solubilizado a 1050°C, deformado e recuperado (sexto ciclo), liga A. Teor de martensita- ϵ indicado em cada ponto.

Quando o estado recuperado é analisado (figura 4.19) comportamento contrário ocorre: redução da dureza com a redução do TG. Isto ocorre devido a redução de martensita-ε com a decréscimo do TG como indicado na figura 4.19. Na mesma figura observa-se que amostras deformadas e recuperadas com igual TG que apresentam quantidades semelhantes de martensita (por exemplo para TG = 88μm) tem durezas semelhantes, enquanto que amostras de mesmo TG, mas com diferenças significativas de martensita (por exemplo, TG = 35μm) apresentam durezas bastante diferenciadas, indicando que para um mesmo TG o aumento da quantidade de martensita provocou um aumento de dureza, o era de se esperar e que comprova indiretamente que esta fase apresenta uma maior dureza do que a fase austenítica para estas ligas, a exemplo do que ocorre com os aços.

4.3.2 Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$)

A influência dos ciclos de treinamento e do TG no $\sigma_{0,2\%}$ está apresentada na tabela 4.7 para as ligas A e B, respectivamente. Os resultados apresentados foram obtidos a partir da curva carga-deformação de maneira semelhante à curva obtida na figura 3.17.

Para melhor analisar o efeito do tamanho de grão nos ciclos de treinamento para ambas as ligas A e B, a partir da tabela 4.7 foram obtidas as figuras 4.20 (liga A) e 4.21 (liga B). Os resultados indicaram comportamento semelhante para as duas composições trabalhadas quando o limite de escoamento foi analisado.

Tabela 4.7 Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$), ligas A e B.

LIMITE DE ESCOAMENTO ($\sigma_{0,2\%}$) (MPa)						
Liga A						
Tamanho de grão (TG) D (μm)	1C	2C	3C	4C	5C	6C
35	227	224	220	219	214	210
48	227	225	224	223	220	216
65	227	226	225	224	223	220
71	232	227	226	224	223	222
88	243	235	227	226	227	227
Liga B						
Tamanho de grão (TG) D (μm)	1C	2C	3C	4C	5C	6C
75	246	199	164	162	161	158
106	257	208	187	175	174	172
129	322	235	223	203	200	186

Da tabela 4.7 observa-se que o refinamento de 88 para 35 μm no tamanho de grão reduziu em aproximadamente 6% o limite de escoamento na liga A. Devido à influência da composição química de outras propriedades como fração volumétrica de martensita- ϵ , a redução no limite de escoamento em função do TG foi mais nítida para a B, tabela 4.7 e figura 4.21.

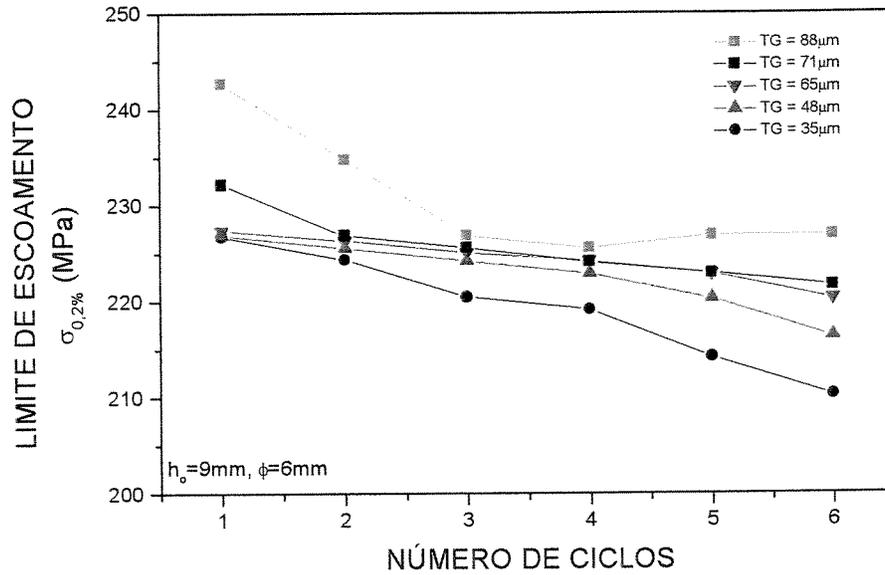


Figura 4.20 Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$) em função do número de ciclos para diferentes TG, liga A.

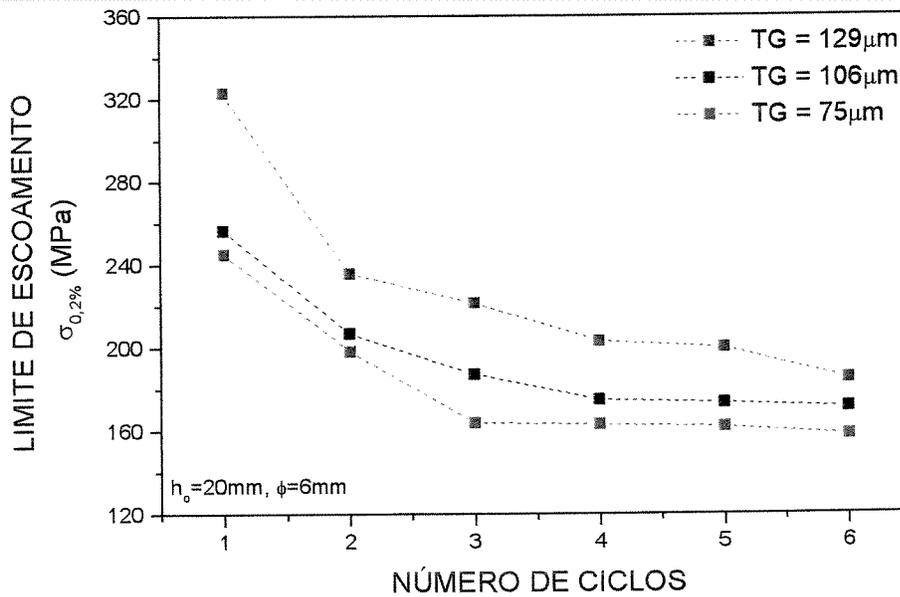


Figura 4.21 Limite de escoamento a 0,2% de deformação ($\sigma_{0,2\%}$) em função do número de ciclos para diferentes TG, liga B.

4.3.2.1 Efeito do tamanho de grão no limite de escoamento

Um fato importante que esclarece as dúvidas iniciais desta tese (apresentada no capítulo 1) é que em ambas as ligas A e B (figuras 4.20 e 4.21) observou-se que o limite de escoamento foi tanto menor quanto menor o tamanho de grão, comportamento inverso ao que se observa nos materiais metálicos em geral [Exner, 1996], [Leslie, 1996], [Gladman, 1997], definida pela relação de Hall-Petch ($\sigma \propto 1/\sqrt{D}$). No nosso caso o limite de escoamento é a tensão necessária para dar início a transformação martensítica. Durante a aplicação da deformação ocorre uma mudança de fase, com a austenita transformando-se em martensita.

Resultados recentes de pesquisadores que vem trabalhando com ligas semelhantes a nossa, mostraram que durante a deformação ocorre a formação de bandas (mistura das fases γ e ϵ) da ordem de nanômetros no interior do grão austenítico. Esta estrutura, segundo Bergeon e colaboradores [Bergeon, 2000] é formada pelo movimento de discordâncias parciais. A acomodação da deformação provocada durante a transformação deverá ser favorecida quando a amostra apresentar mais contornos de grão (estrutura mais refinada, menor tamanho de grão). Quando o grão é maior novas variantes deverão ser ativadas para melhor acomodar a deformação e aumenta a deformação necessária para atenuar a deformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ e com isso eleva o limite de escoamento [Otubo, 2002].

A variação do limite de escoamento em função do tamanho de grão para o sexto ciclo (estado deformado, liga A), é apresentado na figura 4.22

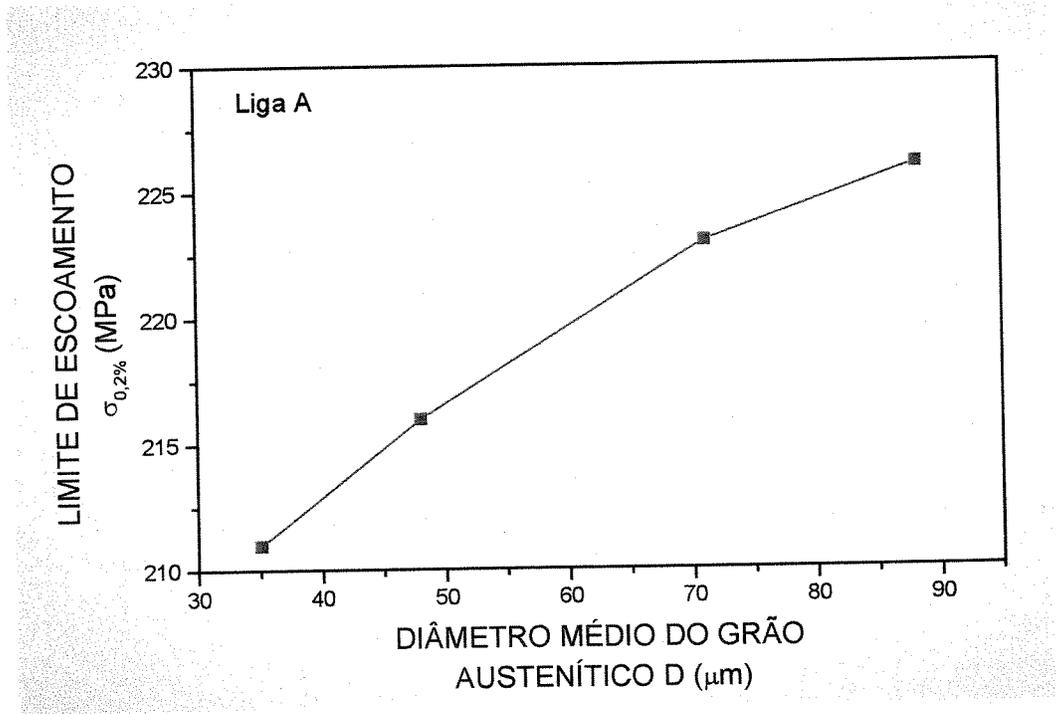


Figura 4.22 Variação do limite de escoamento $\sigma_{0,2\%}$ (sexto ciclo de treinamento, estado deformado) em função do TG, liga A.

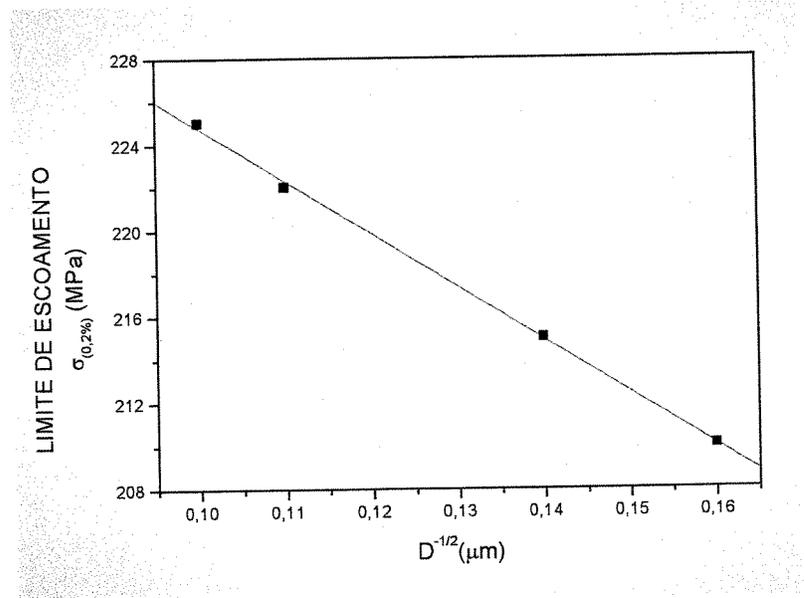


Figura 4.23 Variação do limite de escoamento em função de $(1/\sqrt{D})$, liga A

Na figura 4.23 observa-se uma relação linear entre σ e o inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão austenítico ($D^{-1/2}$) como se fosse uma relação de *Hall-Petch* [Exner, 1996], [Leslie, 1996], [Gladman, 1997] invertida, isto é, com k negativo.

$$\sigma_o = \sigma_i + kD^{-1/2}$$

onde σ_o é o limite de escoamento, σ_i se refere a tensão² de atrito da rede que se opõe ao movimento das discordâncias, k é uma constante que depende do material e D é o diâmetro médio do grão.

O resultado apresentado na figura 4.23 é muito interessante e inédito na literatura porque o que se sabe para o caso dos materiais convencionais é que o contorno de grão age como uma barreira para o movimento das discordâncias aumentando o limite de escoamento (início da deformação plástica) com o decréscimo do grão. Em nosso caso, quanto mais refinada for a microestrutura melhor, porque o contorno de grão torna-se uma condição favorável agindo como uma região de acomodação da deformação provocada pela transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ e diminuindo o limite de escoamento, que em nosso caso (ligas com efeito de memória de forma) fisicamente significa o início da transformação da austenita em martensita.

4.3.3 Tensão a 4% de deformação por compressão ($\sigma_{4\%}$)

A tensão para 4% de compressão ($\sigma_{4\%}$) também foi analisada a partir dos dados de força x deformação em todas as condições de TG para as ligas A e B. Os resultados estão apresentados na tabela 4.8.

² σ_i varia com a composição da liga e com a temperatura, porém independe da tensão aplicada [Exner, 1996], [Leslie, 1996], [Gladman, 1997].

Tabela 4.8 Tensão a 4% de deformação por compressão, ligas A e B.

TENSÃO A 4% DE DEFORMAÇÃO ($\sigma_{4,0\%}$) (MPa)						
Liga A						
Tamanho de grão (TG) D (μm)	1C	2C	3C	4C	5C	6C
35	488	504	511	*	*	521
48	486	503	507	514	515	519
65	452	480	475	476	497	502
71	451	464	469	473	480	496
88	440	456	465	465	474	494
Liga B						
Tamanho de grão (TG) D (μm)	1C	2C	3C	4C	5C	6C
75	482+/-7	511+/-12	512+/-26	518+/-9	519+/-13	527
106	467+/-11	509+/-19	512+/-17	516+/-29	517+/-14	525
129	441+/-12	460+/-13	479+/-16	481+/-14	488+/-20	492

Com base nas tabelas 4.8 foram obtidas as figuras 4.24 (liga A) e 4.25 (liga B) a partir das quais foram verificadas o efeito do tamanho do grão austenítico na $\sigma_{4,0\%}$.

Os resultados apresentados nas figuras 4.24 e 4.25 indicaram uma elevação gradativa da $\sigma_{4\%}$ em função do aumento do número de ciclos ou do refino do grão austenítico, indicando um pequeno encruamento do material. De acordo com Zhang e colaboradores [Zhang, 1998], o aumento de $\sigma_{4\%}$ com o número de ciclos é reflexo da deformação plástica permanente acumulada na matriz cfc e que não desaparece com o aquecimento. Além disso, conforme constatado em trabalhos anteriores por Otubo [Otubo, 1996] e também neste, o aumento de $\sigma_{4\%}$ com o aumento do número de ciclos está relacionado com a martensita residual que aumenta com o treinamento [Otubo, 1999].

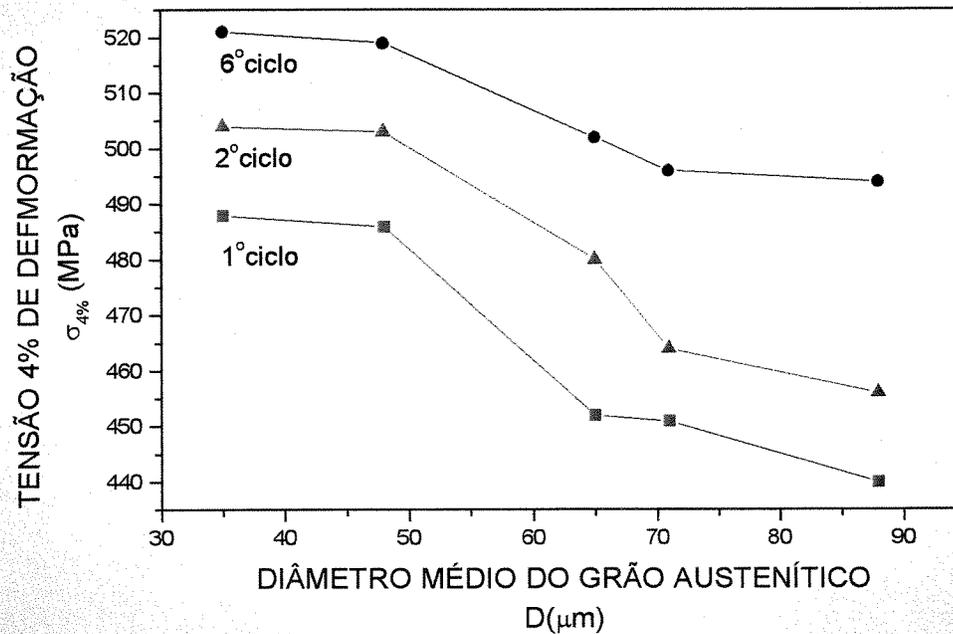


Figura 4.24 Variação da tensão para 4% de deformação ($\sigma_{4\%}$) em função do tamanho de grão para os ciclos (1), (2) e (6), liga A

Para a liga A (tabela 4.8), a amostra com menor TG ($35\mu\text{m}$) apresentou 488 e 521 MPa para o primeiro e sexto ciclo, respectivamente, enquanto que a amostra com maior TG ($88\mu\text{m}$) apresentou 440 e 494 MPa para o primeiro e sexto ciclo. Estes resultados estão próximos aos valores encontrados por Otubo, J. [Otubo, 1996, 1999] que obteve 461 e 504 MPa para o primeiro e sexto ciclos de treinamento utilizando ensaio de tração.

Na figura 4.25 apresenta o resultado obtido para a liga B. Observa-se que semelhante a liga A, a tendência de $\sigma_{4\%}$ é aumentar com o número de ciclos de treinamento e diminuir com o aumento do tamanho de grão. Os dados apresentados na figura 4.25 se referem à média encontrada, uma vez que nesta etapa do experimento houve mais de uma amostra para cada ciclo, sendo que somente uma amostra para cada TG foi submetida a seis ciclos.

O decréscimo da tensão a 4% de deformação em função do número de ciclos e do tamanho de grão foi garantido pela comparação das médias tomando-se um dos valores como referência.

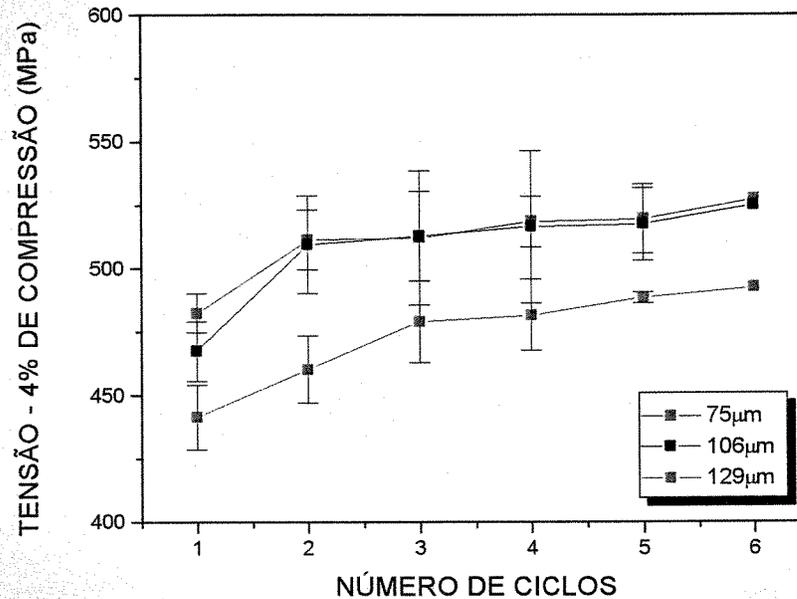


Figura 4.25 Variação da tensão para 4% de deformação ($\sigma_{4\%}$) em função do número de ciclos para as diferentes condições de TG, liga B.

Na figura 4.26 são apresentadas duas curvas esquemáticas (força versus deformação) que representam as amostras com menor e maior tamanho de grão (35 e 88µm) respectivamente. Esta análise também é válida para a liga B.

A deformação a 0,2% em nosso caso se refere ao início da transformação martensítica, que é menor na amostra com microestrutura mais refinada porque como possui mais contornos de grão sendo a deformação facilmente acomodada. Portanto a amostra com menor TG apresentou menor limite de escoamento. Os valores de $\sigma_{0,2\%}$ estão apresentados na figura 4.26.

Com o aumento da deformação observa-se uma inversão nas curvas na figura 4.26 sendo que ao final de 4% de compressão a amostra com menor TG apresentou uma maior tensão. Isto significa que a amostra com microestrutura mais refinada precisou de uma força maior para ser deformada.

Este comportamento está relacionado com a fração volumétrica de martensita, visto que a amostra com menor TG induziu em maior quantidade a fase martensítica que como visto indiretamente é uma fase mais dura que fase austenítica precisando portanto de uma maior tensão para ser deformada. Ou seja, a 0,2% de deformação estamos deformando um material praticamente austenítico, porém a 4% de deformação o material deformado contém teores altos de martensita (31 a 68%).

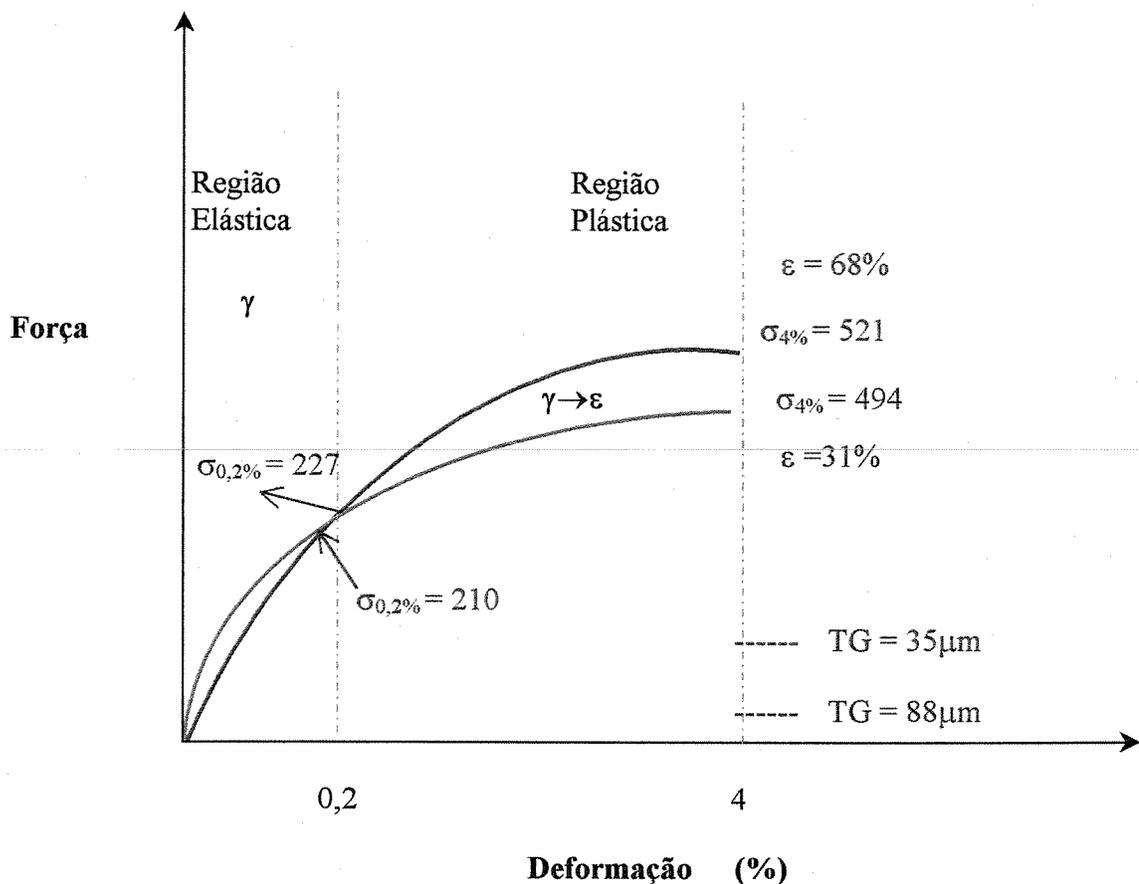


Figura 4.26 Curva esquemática (força versus deformação) para diferentes tamanhos de grão, liga A. Os valores de limite de escoamento e tensão 4% de compressão estão indicados nas respectivas curvas e correspondem aos valores obtidos no último ciclo de deformação. Valores de martensita- ε indicados no gráfico.

4.4 O EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA – Liga B

Como exposto no capítulo 3, a influência do TG nas propriedades de recuperação de forma, foi avaliado somente para a liga B, uma vez que com a liga A os estudos foram focalizados somente para as propriedades mecânicas e análise de difração de raios X. A recuperação de forma foi medida levando-se em consideração a recuperação elástica (R_E recuperação após o alívio de carga), a recuperação de forma (R_F devido ao aquecimento) e a recuperação de forma total $R_T = (R_E + R_F)$.

Na tabela 4.9 e na figura 4.27 observa-se o efeito do TG nas propriedades de recuperação de forma R_F (%) para vários ciclos de treinamento.

Tabela 4.9 Recuperação de Forma R_F (%) em função do tamanho de grão para os ciclos de treinamento - Liga B.

RECUPERAÇÃO DE FORMA (%)					
TG D(μm)	1C	2C	3C	4C	5C
75	32	42	58	65	65
106	31	41	56	62	63
129	16	37	44	51	63

A figura 4.27 foi obtida com valores estimados para as amostras que foram submetidas até o quinto ciclo completo de treinamento (sem recuperação de forma no sexto ciclo) a partir da equação (2) que expressa o resultado de R_F em mm. Na figura 3.12 foi mostrada as dimensões do corpo de prova, comprimento inicial (h_0), altura após a compressão sem alívio de carga (h_1), altura no estado deformado após a retirada da carga (h_2) e finalmente a altura após a recuperação de forma (h_3). A deformação para cada h_0 que corresponde a 4%, foi chamada de Δh (mm). A deformação Δh (mm) foi considerada como sendo 100% de deformação do ensaio para cada ciclo. Portanto gráfico na figura 4.27 foi obtido do seguinte modo:

Δh (mm) ----- 100% (4% de compressão)

R_F (mm) ----- R_F (%)

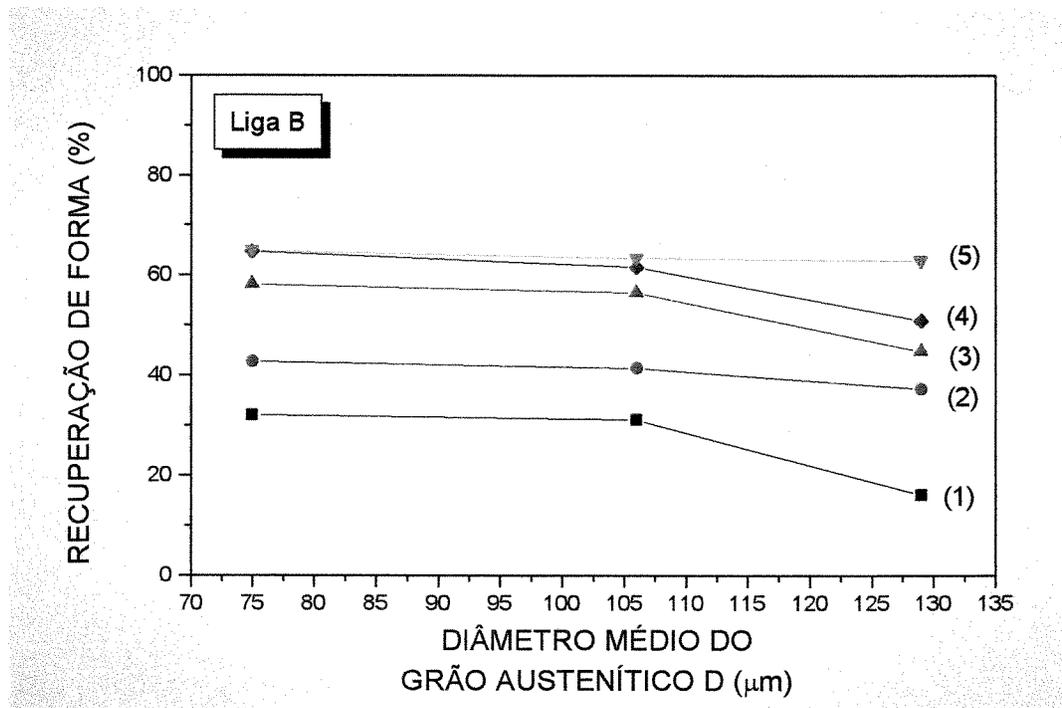


Figura 4.27 Efeito do tamanho de grão na recuperação de forma (R_F) para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5). Liga B.

Independente do tamanho de grão, a recuperação de forma R_F aumentou com o aumento do número de ciclos sendo mais pronunciado nos ciclos iniciais. Esses resultados são bem conhecidos e apresentados na literatura por alguns autores para ligas com composição química similares [Otsuka, 1991 e 1994], [Moriya, 1991], [Otubo, 1996]. Segundo trabalhos de Otubo [Otubo, 1996 e 1999], [Ohtsuka, 1994], [Kajiwara, 1999], [Bergeon, 1997 e 2000], [Wang, 1992] e [Maki, 1992] a explicação para melhorar o EMF com o treinamento está relacionada com a introdução de falhas de empilhamento na estrutura cfc, que por sua vez atuam como sítios de nucleação para a fase martensítica- ϵ , e a reorientação das variantes de martensita na direção que permita maior recuperação de forma. As variantes que não contribuem para a recuperação de forma são eliminadas.

De acordo com a tabela 4.9 foi obtido um aumento de 33% de R_F do primeiro para o segundo ciclo e de 36% do segundo para o terceiro ciclo ($TG=75\mu m$). Esta diferença é menor para os ciclos finais, onde do quarto para o quinto ciclo obteve-se apenas um acréscimo de 0,4% (menor TG) na R_F . Com o aumento do TG ($129\mu m$) a R_F começou num patamar menor para o primeiro ciclo, mas após cinco ciclos era praticamente igual a obtida em amostras com menor TG.

Trabalhando com uma liga a base de Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co, Otubo [Otubo, 1996] submeteu o material a seis ciclos de treinamento (4% tração seguido de recuperação de forma a 600°C), obtendo um comportamento semelhante ao apresentado na figura 4.27. Porém em seus resultados, foi observada uma R_F maior, 47% e 72% para o primeiro e quinto ciclos, respectivamente. Entre o primeiro e segundo ciclos, Otubo, J. [Otubo, 1996] obteve um aumento de R_F próximo à 28% e entre o quarto e quinto ciclos apenas 0,5%, valores estes bem próximos aos encontrados para a liga B.

Este ganho maior de recuperação de forma obtido por Otubo [Otubo, 1966] pode ser devido a diferença de composição química entre as ligas que, apesar de serem próximas, podem ter alterado fatores como a EDE que é uma característica fundamental para se obter uma boa recuperação de forma, porém facilmente alterada pela adição de elementos de liga. A maior diferença na composição química entre a liga B, tabela 3.1 e a liga trabalhada por Otubo [Otubo, 1996] está nos teores de C e Mn. A liga B apresentava um teor de carbono cinco vezes menor que a de Otubo [Otubo, 1996] além de apresentar o dobro de manganês.

Diferente do que é apresentado na literatura, neste trabalho não é avaliado somente o grau de R_F da liga B, mas também a contribuição da recuperação elástica R_E e por fim a recuperação total R_T . Existem poucos trabalhos na literatura que avaliam separadamente estes parâmetros [Otubo, 1996 e 1999]. Geralmente a análise é feita somente para a recuperação total independente de submeter as ligas à treinamento ou somente um único ciclo de deformação. As tabelas 4.10 e 4.11 apresentam os valores de R_E e R_T obtidas para a liga B. Esta análise é possível porque a deformação mecânica (neste caso, compressão) é feita separadamente das etapas de recuperação. Com base nas tabelas 4.10 e 4.11 foram obtidas as figuras 4.28 e 4.29 que serão analisadas a seguir.

Tabela 4.10 Recuperação Elástica - R_E (%) em função do tamanho de grão para os ciclos de tratamento termomecânico - Liga B.

RECUPERAÇÃO ELÁSTICA (%)					
TG D(μm)	1C	2C	3C	4C	5C
75	25	25	25	25	25
106	24	24	24	24	24
129	21	21	22	23	24

A variação da recuperação elástica em função do tamanho de grão para os ciclos de treinamento é apresentada na figura 4.31.

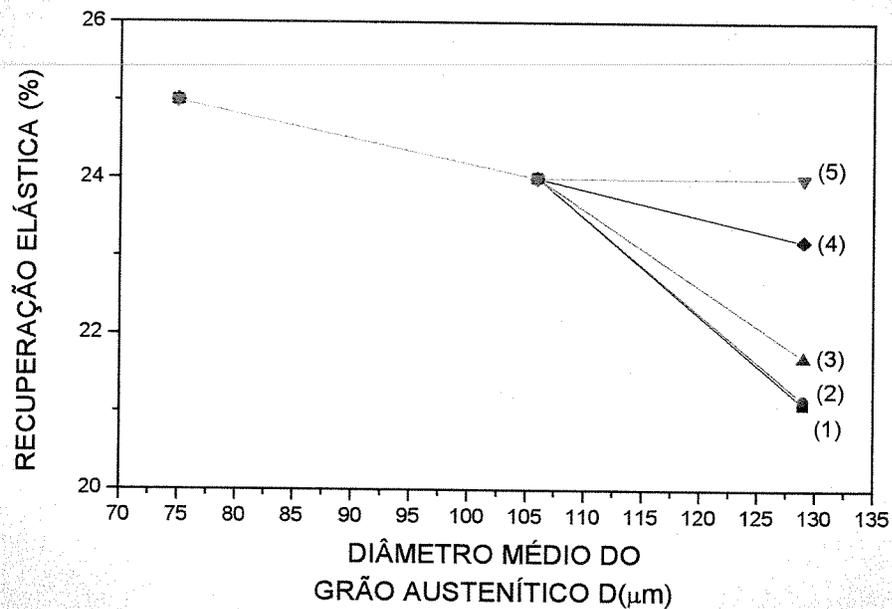


Figura 4.28 Efeito do tamanho de grão na recuperação elástica para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5). Liga B.

Analisando a figura 4.28 juntamente com a tabela 4.10, observa-se que a recuperação elástica não variou com o aumento do número de ciclos para TG de 75 e 106 μm . Já a amostra com TG de 129 μm apresentou uma variação pequena, próxima a 3% entre os ciclos (1) e (5). Esse aumento de recuperação elástica pode ser atribuído ao aumento da martensita residual com o aumento do número de ciclos.

Otubo [Otubo, 1996] também avaliou a contribuição da R_E no EMF para uma composição similar a liga B, e observou uma estabilidade dos valores de R_E a partir do segundo ciclo. Em nosso caso esta situação foi observada para a condição de 75 e 106 μm . O fato de obter uma diferença muito pequena na R_E em função do TG sugere que esta propriedade pouco depende do tamanho de grão da liga.

Em termos de valores de R_E Otubo [Otubo, 1996] encontrou 17% para o último ciclo, comparado a 24 e 25% encontrado neste trabalho, o que talvez possa ser explicado pela diferença do ensaio mecânico utilizado (compressão em vez de tração) e também pela diferença na composição química.

A tabela 4.11 e a figura 4.29 apresentam os resultados da recuperação total ($R_T = R_E + R_F$) tratada na maior parte dos artigos e comprova uma das hipóteses principais, levantadas por Otubo [Otubo, 1999] em sua tese de doutorado, proposta neste trabalho que seria a de que a recuperação de forma deveria aumentar com a diminuição do TG.

Tabela 4.11 Recuperação de total R_T em função do tamanho de grão para os ciclos de treinamento-liga B.

RECUPERAÇÃO TOTAL (%)					
TG D(μm)	1C	2C	3C	4C	5C
75	57	67	83	90	90
106	55	65	80	85	87
129	37	58	66	75	87

Quando os valores são comparados para diferentes TG, observa-se na tabela 4.11 que a amostra com $TG = 75\mu\text{m}$ apresentou uma R_T 35% maior quando comparada a de $TG=129\mu\text{m}$ para o primeiro ciclo. Essa diferença diminuiu com o aumento do número de ciclos, sendo, que no último ciclo apenas é 3% superior.

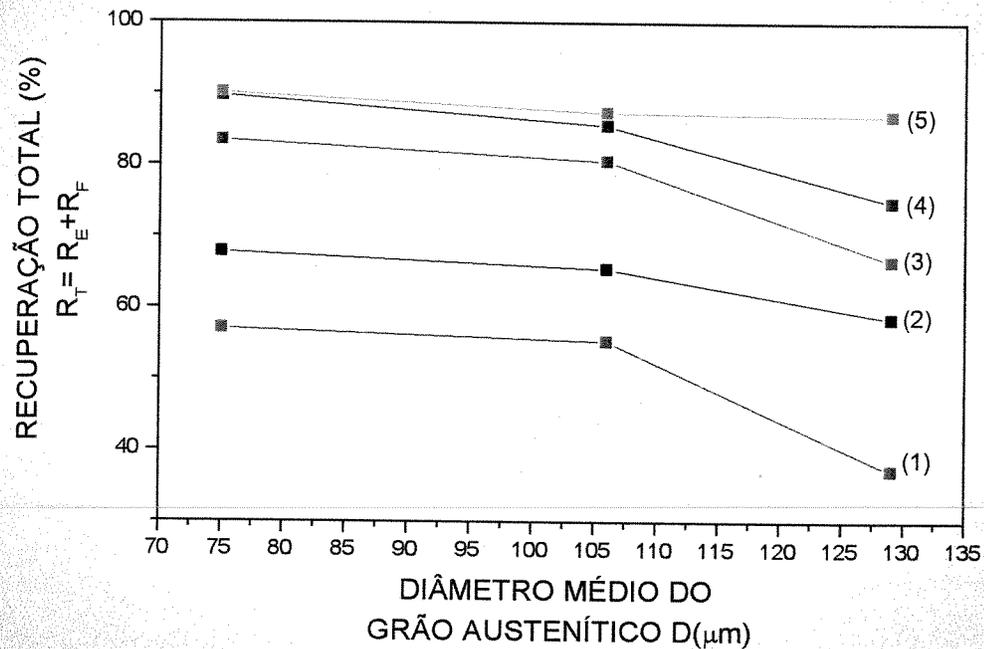


Figura 4.29 Efeito do tamanho de grão na recuperação total (%) para os ciclos (1), (2), (3), (4) e (5). Liga B.

A maior contribuição para a recuperação total foi a recuperação de forma, que foi maior para as amostras com menor tamanho de grão (nos primeiros ciclos). O fato das amostras com menor TG terem apresentado maior fração volumétrica e uma maior reversão da martensita, resultou em um maior desempenho em termos de recuperação de forma para amostras com microestrutura mais refinada, refletindo na recuperação total, uma vez que esta é função da recuperação elástica e de forma.

Ogawa e Kajiwara [Ogawa, 1993] anteriormente obtiveram cerca de 80% de recuperação no primeiro ciclo para amostras com composições semelhantes as ligas A e B. Os autores atribuíram

este resultado ao tratamento especial aplicado que consistiu de uma pré-deformação produzindo placas de martensita- ϵ na estrutura cfc da ordem de nm. Segundo esses autores o melhor resultado (~100%) de EMF somente é conseguido com este tratamento facilitando a reversão da martensita- ϵ em austenita. Porém como já foi citado, para o mesmo tipo de liga, Otubo [Otubo, 1996] conseguiu resultados tão bons quanto aos de Ogawa [Ogawa, 1993] sem o tratamento prévio especial. Neste trabalho o máximo de recuperação para o primeiro ciclo foi de 57% para a amostra com TG = 75 μ m e 37% para a amostra com TG = 129 μ m.

Finalizando podemos resumir todos os resultados obtidos nessa tese afirmando que o refinamento do grão austenítico diminuiu o limite de escoamento $\sigma_{0,2\%}$, como visto nas figuras 4.20 (liga A) e 4.21 (liga B) o que levou a um resultado contrário previsto pela equação de Hall-Petch para as ligas convencionais, figuras 4.22 e 4.23. Foi observado também que o limite de escoamento decresceu com o aumento dos ciclos de treinamento para ambas as ligas, independente do tamanho de grão. Esse decréscimo é atribuído à formação de estruturas em bandas em escala nanométrica contendo uma misturas das fases γ e ϵ [Ogawa, 1993].

O refinamento da microestrutura facilitou a transformação da austenita em martensita e como conseqüência, as amostras com menor tamanho de grão apresentaram uma maior quantidade de martensita induzida durante a deformação uma vez que a tensão necessária ($\sigma_{0,2\%}$) para dar início a transformação $\gamma \rightarrow \epsilon$ foi menor para as amostras com microestruturas mais refinadas, figuras 4.15 (liga A) e 4.16 (liga B). Com uma maior quantidade de martensita- ϵ , as amostras com menor TG apresentaram um dureza Vickers maior no estado deformado como visto na figura 4.19 (liga A). A maior fração volumétrica de martensita para amostras com menor tamanho de grão elevou a tensão a 4% de compressão, sendo necessária uma força maior para atingir 4% de deformação, uma vez que neste estado a amostra encontra-se com elevado teor de martensita, figuras 4.25 (liga A) e 4.24 (liga B).

Com a redução do tamanho de grão, a reversão da martensita para austenita também foi facilitada, o que melhorou as características de recuperação de forma figuras 4.15 (liga A) e 4.17 (liga B). Este resultado levou a uma maior quantidade de martensita revertida como discutido na

figura 4.18 para as ligas A e B. Isto levou a encontrar uma fração volumétrica maior de martensita no estado recuperado para a amostra com maior tamanho de grão que influenciou nos resultados de dureza após a recuperação de forma que aumentou com o aumento do tamanho de grão, figura 4.19 (liga A).

Todas essas informações em conjunto refletiram diretamente nas propriedades de EMF, onde foi observado que o refinamento do grão aumentou a recuperação de forma na liga B, como discutido na figura 4.27.

O efeito do tamanho de grão na recuperação de forma foi mais significativo nos primeiros ciclos de treinamento, apresentando informações ainda inéditas na literatura. Em termos de aplicações prática este resultado é muito promissor, uma vez que na prática o que interessa é a recuperação de forma após a primeira deformação.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

Em relação às duas ligas inoxidáveis com Efeito de Memória de Forma estudadas cujas composições foram, liga A (0,044%C-5,11%Si-7,79%Mn-11,8%Co-13,02%Cr-5,74%Ni-0,31%Cu) e liga B (0,009%C-5,25%Si-8,26%Mn-11,84%Co-12,81%Cr-5,81%Ni-0,16%Cu) com diâmetro médio de grão austenítico variando de 35 a e 88 μ m para a liga A e de 75 a 129 μ m para a liga B pode-se concluir que:

O refinamento do grão aumentou a fração volumétrica de martensita- ϵ em ambas às ligas reduzindo o limite de escoamento $\sigma_{0,2\%}$ que em nosso caso se referiu ao início da transformação da austenita em martensita. A quantidade de martensita induzida durante a deformação aumentou com ciclos de treinamento elevando a dureza Vickers da liga A (estado deformado). Após a recuperação de forma observou-se um aumento da dureza com o aumento do tamanho de grão que apresentou maior quantidade de martensita. Este resultado levou a concluir que o refinamento da microestrutura facilitou tanto a transformação quanto à reversão γ (cfc) \rightarrow ϵ (hc), uma vez que a martensita revertida aumentou com o refinamento da microestrutura. Com o aumento da deformação obteve-se em ambas as ligas uma elevação da tensão a 4% de compressão para as amostras com menor tamanho de grão indicando a influência da fase martensítica na microestrutura mais refinada.

O conjunto de todas essas informações refletiu nos resultados de recuperação de forma para a liga B, chegando-se à conclusão de que o refinamento da microestrutura promoveu um melhor desempenho em termos de recuperação de forma, sendo este resultado mais evidente nos primeiros ciclos.

Com o exposto acima, conseguimos concluir os propósitos desse trabalho comprovando todas as hipóteses iniciais levantadas no capítulo introdutório desta tese.

CAPÍTULO 6

REFERÊNCIAS

- Airapour, A; Yakubtsov, I.; Perovic, D. D. (1999), “Effect of nitrogen on shape memory effect of a Fe-Mn-based alloy”, *Materials Science and Engineering*, vol. A262, p. 39-49.
- Andrade, M.S.; Osthues, R.M.; Arruda, G. J., (1999), “The influence of thermal cycling on the transition temperatures of a Fe-Mn-Si shape memory alloy”, *Materials Science and Engineering*, vol. A273, p. 512-516.
- Araújo, L.A., *Manual de Siderurgia – Transformação*, vol. 2, Ed. Arte e Ciência, Siemens.
- Arruda, G. J.; Buono, V. T. L.; Andrade, M. S., (1999), “The influence of deformation on the microstructure and transformation temperatures of Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloys”, *Materials Science and Engineering*, vol. A273, p. 528-532.

- Arruda, G. J.; Buono, V. T. L.; Santos, L. C.; Silva, M. I. N.; Andrade, M. S., (2000), "Relação entre tratamento termomecânico, temperatura de transformação e microestrutura de ligas ferrosas com efeito de memória de forma", Anais do 55° Congresso da ABM, 24 a 28 julho de 2000, Rio de Janeiro, RJ, p. 2270-2279.
- Bergeon, N.; Gérard, 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", *Materials Science and Engineering*, vol. A 238, p.309-316.
- Bergeon, N.; Gérard, G.; Esnouf, C. (1998a), "Microstructural analysis of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: Part I- calculated description of the microstructure", *Materials Science and Engineering*, vol. A242, p. 77-86.
- Bergeon, N.; Gérard, G.; Esnouf, C. (1998b), "Microstructural analysis of the stress-induced ϵ martensite in a Fe-Mn-Si-Cr-Ni shape memory alloy: Part II – Transformation reversibility", *Materials Science and Engineering*, vol. A242, p. 87-95.
- Bergeon, N.; Kajiwara, S.; Kikuchi, T., (2000), "Atomic force microscope study of stress-induced martensite formation and its reverse transformation in a thermomechanically treated Fe-Mn-Si-Cr-Ni alloy", *Acta Metallurgica*, vol. 48, p. 4053-4064.
- Borden, T.; (1991), "Shape memory alloys: Forming a tight fit", *Mechanical Engineering*, p. 67-72.
- Brooks, J. W.; Loretto, M. H.; Smallman, R. R., (1979), "In situ observations of the formation of martensite in stainless steel", *Acta Metallurgica*, vol. 27, p. 1829-1838.
- Chanda, A.; Pal, H.; De, M.; Kajiwara, S.; Kikuchi, T., (1999), "Characterization of microstructure of isothermal martensite formed at low temperature in powder of Fe-23Ni-3,3Mn alloy by Rietveld Method", *Materials Science and Engineering*, vol. A265, p. 110-116.

- Chang, L. C.; Read, T. A., (1951), "Plastic deformation and diffusionless phase changes in metals – The Gold-Cadmium beta phase", Transactions AIME, vol.191, p. 47-52.
- Chen, J. Z. S.; Li, L.; Hsu, T. Y., (2000), "Analysis of the stress-strain curves of a Fe-Mn-Si shape memory alloy", Materials Characterization, vol. 40, p. 37-41.
- Cullity, B. D.; "Elements of X-ray diffraction", (1978), Second Edition.
- Dunne, D. P., Wayman, C. M., (1973), "The effect of austenite ordering on the martensite transformation in Fe-Pt alloys near the composition Fe₃Pt: I. Morphology and Transformation Characteristics", Metallurgical Transaction, vol. 4, p. 137-145.
- Enami, K.; Nagasawa, A.; Nenno, S., (1975), "Reversible shape memory effect in Fe-based alloys", Scripta Metallurgica, vol. 9, p. 941-948.
- Exner, H. E., (1996), "Qualitative and quantitative surface microscopy", Physical Metallurgy, Chapter 10, vol. II, p. 1008.
- Funakubo, H., (1987), "Shape Memory Alloys", Ed. Hiroyasu Funakubo, University of Tokyo, Capítulo 1.
- García, A.J. S.; Medrano, M.A.; Rodrigues, A.S., (1999), "Effect of solution treatments on the fcc/hcp isothermal martensitic transformation in Co-27Cr-5Mo-0.05C aged at 800°C", Scripta Materialia, vol.40, n. 6, p. 717-722.
- Gauzzi, F.; Montanari, R., (1999a), "Martensitic reversion in a Fe-21%Mn-0,1%C alloy", Materials Science and Engineering, p. 273-275.
- Gauzzi, F.; Montanari, R.; Pincipi, G.; Perin, A.; Tata, M.E., (1999b), "Martensite formation during heat treatments of AISI 304 steel with biphasic structure", Materials Science and Engineering vol. A273, p. 443-447.

- Gladman, T., (1997), "Microstructure Property Relationships", The physical metallurgy of microalloy steels, Chapter 2, p. 40.
- Gu, Q.; Humbeeck, V.; Delaey, L.; Federzoni, L.; Guénin, G.; and Gex, D., (1995), "Effect of amount of deformation on the martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si based shape memory steel", Journal de Physique IV, vol. 5, p. 311-315.
- Huijun, L.; Dunne, D.; Kennon, N., (1999), "Factors influencing shape memory effect and phase transformation behaviour of Fe-Mn-Si based shape memory alloys", Materials Science and Engineering, vol. A273, p. 517-523.
- Jang, W. Y.; GU, Q.; Humbeeck, J. V.; Delaey, L., (1995), "Microscopic Observation of γ -phase and ϵ - and α' -martensite in Fe-Mn-Si-based shape memory alloys." Materials Characterization, vol. 34, p. 67-72.
- Jee, K.K.; Baik, S. H.; Lee, B. J.; Shin, M. C.; Choi, C. S., (1995), "Measurement of volume fraction of stress-induced ϵ martensite in Fe-32Mn-6Si alloy", Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 33, n. 12, p. 1901-1905.
- Jiang, B.; Tadaki, T.; Mori, H.; S, T. Y., (1997) "In- situ TEM observation of $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation during tensile straining in an Fe-Mn-Si shape memory alloys", Materials Transactions, vol. JIM 38, n. 12, p. 1072-1077.
- Jiang, B.; Qi, X.; Yang, S.; Zhou, W.; Hsu, T. Y., (1998), "Effect of stacking fault probability on $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si based alloys", Acta Materialia., vol.46, n.2, p. 501-510.
- Jun, J. H.; Choi, C. S., (1998a) "Variation of stacking fault energy with austenite grain size and its effect on the M_s temperature of $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in Fe-Mn alloy", Materials Science and Engineering, vol. A257, p. 353-356.

- Jun, J. H.; Kong, D. K.; Choi, C. S., (1998b), "The influence of Co damping capacity of Fe-Mn-Co alloys", *Materials Research Bulletin*, vol.33, p. 1419-1425.
- Kajiwara, S.; (1985), "Nearly perfect shape memory effect in Fe-Ni-C alloys", *Materials Transactions*, vol. JIM 26, p. 595-596.
- Kajiwara, S., (1999), "Characteristic features of shape memory effect and related transformation behaviour in Fe-based alloys", *Materials Science and Engineering*, vol. A273, p. 67-88.
- Kounick'y, J. (1968). Deformation twinning in austenite Fe-Ni-C alloys at room temperature, *Phil. Mag.*, p. 205.
- Leslie, W.C., (1996), "Physical Metallurgy of steels", *Physical Metallurgy*, Chapter 17, vol. II, p. 1591.
- Li, J. C.; Zheng, W.; Jiang, Q., (1999), "Stacking fault energy of iron-based shape memory alloys", *Materials Letters*, vol. 38, p. 275-277.
- Magee, C. L.; Davies, R. G., (1972), "On the volume expansion accompanying the fcc to bcc transformation in ferrous alloys", *Acta Metallurgica*, vol. 20, p. 1031-1043.
- Magnus, A.; Humbeeck, J. V.; Agren, J., (1996), "Effects of recrystallization and grain size on the martensitic transformation in Fe-31%Mn-5% Alloy", *Materials Transactions*, vol. JIM 37, n. 7, p. 1363-1370.
- Masuya, T.; Yoneyama, N.; Kumai, S.; Sato, A., (2000), "Grain size effect on the microstructure of deformed Fe-Mn-Si based shape memory alloys", *Shape Memory Materials*, vol. 327-3, p. 267-270.
- Matsumura, O.; Sumi, T.; Tamura, N.; Sakao, K.; Furukawa, T.; Otsuka, H., (2000), "Pseudoelasticity in na Fe-28Mn-6Si-5Cr shape memory alloy", *Materials Science and Engineering*, vol. A279, p. 201-206.

- Melton, K.; Duerig, T., (1990), "Shape memory alloys for connectors and couplings", *Advanced Materials Technology International*, Ed. Greville e Brook, p. 165-166.
- Melzer, A.; Stöckel, D., (1994), "Performance improvement of surgical instrumentation through the use of NiTi materials", *Proceedings of SMST-94, The First International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, California, 1994, p. 401-410.
- Mirkin, L. I., "Handbook of X-Ray Analysis of Polycrystalline Materials", (1964), Consultants Bureau, New York.
- Maki, T.; Tsuzaki, K., (1992), "Transformation behavior of ϵ -martensite in Fe-Mn-Si shape memory alloys", *Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations*, California, USA, p. 1151-1162.
- Murakami, M.; Suzuki, H.; Nakamura, Y., (1987) "Effect of Si on the shape memory effect of polycrystalline Fe-Mn-Si alloys", *Transaction ISIJ*, vol. 27, p. 87.
- Nagasawa, A., (1971), "A new concept on the shape memory effect in metals and alloys", *Phys. Stat. Sol.*, vol. 8, p. 531-538.
- Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Moura, C.M.; Mei, P.R.; Lepienski, C.M., (1999), "Nanoindentação em amostras inoxidáveis com efeito de memória de forma", *Anais do XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, COBEM 99*, 22 a 26 de novembro de 1999, Águas de Lindóia, SP, CD-ROM.
- Nascimento, F.C.; Rigo, O.D.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Moura, C.M., (2000a), *Evolução das fases formadas durante tratamentos termomecânicos em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma*, *Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, CONEM2000*, 07 a 11 de agosto de 2000, Natal, RN, CD-ROM, (2000).

- Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Cardoso, L. P.,(2000b), Determinação das fases γ , ϵ , e α' por difração de raios X em ligas inoxidáveis com efeito de memória de Forma, Anais do 55º Congresso da ABM, 24 a 28 de julho de 2000, Rio de Janeiro, RJ, CD-ROM, (2000).
- Nascimento, F. C., Otubo, J., Cardoso, L.P., Mei, P. R., (2000c), The Austenite grain size effect on the precipitation of alpha´martensite on stainless Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co shape memory alloy, Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CBECIMAT (2000), 03 a 06 de dezembro de 2000, São Pedro, SP, p. 74.
- Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Lepiensi, C.M.; Jurca, F.H.; (2001a), “Comparação entre a dureza convencional e a dureza superficial de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma”, XXIV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, São Lourenço, MG, 15-19maio 2001, p. 298.
- Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Cardoso, L. P.; (2001b), “Análise quantitativa das fases formadas após o tratamento termomecânico em ligas Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com efeito de memória de forma”, XXIV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, São Lourenço, MG, 15-19maio 2001, p.320.
- Nascimento, F.C.; Otubo, J; Sorrila, F.V. and Mei P.R., (2001c) ”Stainless shape memory alloys microstructure analysis by optical microscope using differents etchants”, XVIII Congresso da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise – CSBMM2001, Águas de Lindóia, SP, 28 a 31 de outubro (*indicado para publicação na revista Acta Microscópica*).
- Nicholson, R.B., (1968), Nucleation at imperfections, Phase transformations, p. 269.
- Ohtsuka, H.; Murakami, M.; Matsuda, S, (1989), Proceeding of the MRS International Meetings on Advanced Materials, Shape Memory Materials, Tokyo, 1988, vol 9, p.451.

- Ohtsuka, H.; Kajiwara, S., (1994), "Effects of carbon content and ausaging on $\gamma \leftrightarrow \alpha'$ transformation behavior and reverse transformed structure in Fe-Ni-Co-Al-C alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25A, p. 63-71.
- Ohtsuka, H.; Kajiwara, S.; Ishihara, T., (1994), "Effect of $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ transformations on the shape memory characteristics of an Fe-Mn-Si-Cr-Ni Alloy", *Materials Characterization* vol. 32, p. 229-235.
- Otubo, J.; Mei, P. R.; (1994), "Caracterização de aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *Anais do 11º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, CBECIMAT, Águas de São Pedro-SP, 11 a 14 de dezembro de 1994.*
- Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., (1994a), "Desenvolvimento de novos aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *Anais do IV Seminário Brasileiro de Aço Inoxidável, INOX'94, São Paulo-SP, Brasil, p. 131-136.*
- Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S., (1994b) "Caracterização de aços inoxidáveis com efeito de memória de forma", *Anais do 11º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais, CBCIMAT, Águas de São Pedro-SP, Brasil, p. 219-222.*
- Otubo, J.; Mei, P.R.; Koshimizu, S., (1995) "Production and characterization of stainless steel based Fe-Cr-Ni-Mn-Si-(Co)", *Journal de Physique IV, C8, vol.5, p. 427-432.*
- Otubo, J., (1996), "Desenvolvimento de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma: elaboração e caracterização", *Tese de doutorado.*
- Otubo, J.; Mei, P.R.; Koshimizu, S., (1997), "Materiais com efeito de memória de forma, aracterísticas principais e possíveis aplicações", *COBEM'1997.*
- Otubo, J.; Mei, P. R.; Koshimizu, S.; Shinohara, A. H.; Suzuki, C. K., (1999a), "Relations between thermomechanical treatment, microstructure and α' martensite in Fe based stainless shape memory alloys", *Materials Science and Engineering*, vol. A273, p. 533-537.

- Otubo, J.; Mei, P.R.; Koshimizu, S., “Materiais com efeito de memória de forma”, (1999b), *Fundição e Serviços*, set./1999, p. 132-141.
- Otubo, J.; Nascimento, F.C.; Mei, P.R.; Cardoso, L. P.; Kaufman, M., (2002), Influence of austenite grain size on mechanical properties of stainless SMA, *Materials Transactions*, vol. 43, n.5, p. 916-919.
- Pal, H.; Chanda, A. De, M., (1998), “Characterization of microstructure of isothermal martensite in Fe-23Ni-3,8Mn by Rietveld method”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 278, p. 209-215.
- Peters, M. A.; King, H. W., (1997), “Composition limits of the shape memory γ -phase in the system Fe-Mn-Al-Si, *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 36, n.1, p. 1-6.
- Poilane, C.; Delobelle, P.; Lexcellent, C.; Hayashi, S.; Tobushi, H., (2000), “Analysis of the mechanical behavior of shape memory polymer membranes by nanoindentation, bulging and point membrane deflection tests”, *Thin Solid Films*, vol. 379, p. 156-165.
- Rios, P.R, Crescimento de grão e recristalização secundária, I Workshop sobre textura e relações de orientação, 11 e 12 de dezembro de 2001, São Paulo, SP, p. 77-91.
- Sato, A.; Chishima, E.; Soma, K.; Mor, T., (1982), “Shape memory effect in $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ transformation in Fe-30Mn-1Si alloy single crystals”, *Acta Metallurgica*, vol. 30, p. 1177-1183.
- Sato, A.; Masuya, T.; Morishita, M.; Kumai, S.; Inoue, A., (2000), “Strengthening of Fe-Mn-Si based shape memory alloys by grain size refinement”, *Shape Memory Materials*, p. 223-226.
- Seeger, A., (1953), “Versetzen und allotrope Umwandlungen” *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 44, p. 247-255.
- Shiming, T.; Jinhai, L.; Shiwei, Y., (1991), “Influence of grain size on shape memory effect of polycrystalline Fe-Mn-Si alloys”, *Scripta Materialia*, vol. 25, p. 2613-2615.

- Shimozono, T.; Kohno, Y.; Konishi, H.; Shibaata, K.; Ohtsuka, H.; Wada, H., (1999), "Effects of pré-strain, heat treatmensts and magnetic fields on α' martensite formation in Fe-25,5%Ni-3-5%Cr alloys", *Materials Science and Engineering*, vol. A273, p.337-341.
- Stalmans, R.; Humbeeck, J. V., (1998), "Shape memory alloys. Functional and smart, <http://www.mtm.kukeuven.ac.bc/Reserarch/Physical/ShapeMem/smatext.htmlk>, 19-05-1998.
- Starokha, A.; Gunter, V.; Sysoliatin, P.; Itin, V., (1994), "Shape memorizing implants in otorhinolaryngology", *Proceedings of SMST-94, The First International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, 1994*, p. 409-514.
- Tamarat, K.; André, G.; Dubois, B., (1992), "In situ experiments during thermal cycle in na Fe-Mn-Si shape memory alloys", *Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations, Monterey, Califórnia, EUA*, p. 1181-1186.
- Tavares, S.S.M., Fruchart, D., Migaglia, S., (2000), "A magnetic study of the reversion of martensite α' in a 304 stainless steel", *Journal of Alloys and Compounds*, p. 311-317.
- Tomota, Y., Yamaguchi, K., (1995), "Influence of α' martensite on shape memory in Fe-Mn-based alloys" *Journal de Physique IV, Colloque C8*, vol. 5, p. 421-426.
- Van Vlack L. H. (1970), "Princípios de ciência dos materiais", Edgard Blücher, 1998, p.1-378.
- Xia, R.D., Liu, G.W., Liu, T., (1997), "The effect of thermal training on prestrained Fe-30Mn-6Si-5Cr shape memory alloy, *Materials Letters*, vol. 32, p. 131-136.
- Wang, X.X.; Wang, W.X.; Zhao, L., (1992), " The effect of thermal mechanical treatment on stress-induced $\gamma \rightarrow \epsilon$,martensitic transformation and shape memory effect an Fe-Mn-Si-Ni-Co alloy", *Proceedings of the International Coference on Martensitic Transformations, California, USA*, p. 1199-1204.

Wayman, C. M., (1971), “On memory effects related to martensitic transformations and observations in β brass and Fe₃Pt”, *Scripta Metallurgica*, vol.5, p. 489-492.

Zhang, J.; Chen, S.; Li, L.; Hsu, T. Y., (1998), “Analysis of the stress-strains curves of a Fe-Mn-Si shape memory alloy”, *Materials Characterization*, vol. 40, p. 36-41.

Zhang, M.X.; Kelly, P.M.; Gates, J.D., (1999), “A model of stress induced martensitic transformation in Fe-Ni-C alloy”, *Materials Science and Engineering*, vol. A273,p.251-256.

APÊNDICE I

ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Para se chegar às conclusões finais desse trabalho foi realizada uma análise estatística de todos os resultados desde a estimativa do tamanho de grão até os resultados de propriedades mecânicas. O procedimento para cada etapa está detalhado a seguir.

I. Tamanho de grão austenítico

O tamanho de grão austenítico foi estimado para as ligas trabalhadas fazendo uso da Norma ASTM E 112 utilizando o Método da Intersecção Linear que consiste na aquisição de várias imagens¹ a serem analisadas. Os campos escolhidos para as medidas foram feitos de forma aleatória. Uma vez obtido o campo a ser analisado, utiliza-se uma linha de comprimento padrão sobreposta à microestrutura e realiza-se uma contagem do número de

¹ Campos de análise

interceptos². Assim, deve-se fazer uma contagem do número de contornos de grão que interceptam a linha. Como a contagem é feita de modo probabilístico, deve-se fazer um tratamento estatístico dos dados (média, desvio padrão, erro), estabelecendo um nível de confiança de 95% para que o resultado tenha significado. O método consiste em fazer tantas medidas quantas forem necessárias até que o desvio padrão se torne constante, correspondendo neste caso, a uma microestrutura homogênea, que não foi o nosso caso motivo pelo qual o desvio padrão foi considerado alto, tabela 3.2.

A tabela 3.2, apresentada no capítulo 03, foi obtida com a análise de 08 campos escolhidos aleatoriamente para cada tamanho de grão de cada amostra, onde foram obtidas um número mínimo de 50 contagens (interceptos). A escolha do aumento teve como critério o número de 15 pontos dos contornos interceptando a linha teste.

A análise estatística foi feita com base na Norma ASTM E 112 que estabelece que para um intervalo de confiança (IC) de 95% dos resultados a seguinte relação seja utilizada:

$$95\%IC = \frac{t.s}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

onde s é o desvio padrão, \sqrt{n} é o número de campos analisados ou medidas³. O valor de t se refere a um valor tabelado (referente à distribuição de Student) que é uma função de n . Os valores de t utilizados para os cálculos estão apresentados na tabela A1.

Tabela A1. Intervalo de Confiança, t [ASTM E112] e [Barros, 2001].

No. of Fields, n	t	No. of Fields, n	t
5	2.776	13	2.179
6	2.571	14	2.160
7	2.447	15	2.145
8	2.365	16	2.131
9	2.306	17	2.120
10	2.262	18	2.110
11	2.228	19	2.101
12	2.201	20	2.093

² Número de contornos de grão que interceptam a linha padrão

³ Número de campos analisados ou número de medidas – depende de cada caso

A partir da equação (1) podemos calcular a precisão relativa das medidas do diâmetro médio do grão austenítico, a partir da relação:

$$\%R.A. = \frac{95\%CI}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (2)$$

onde, R.A. é a precisão relativa⁴, CI o intervalo de confiança⁵ e X é a média dos valores obtidos.

Utilizando a equação (1) para garantir 95% de confiança em nossos resultados e aplicando a equação (2), a precisão relativa dos valores encontrados na tabela 3.2 (cap. 03) verificou-se que a maior imprecisão das medidas foi obtida para as amostras submetidas ao maior tempo de tratamento térmico (16 horas) para ambas as ligas, estando em torno de 18 e 12% (ligas A e B respectivamente), conseqüência da microestrutura heterogênea. Para os outros tempos de tratamento térmico a precisão relativa ficou um pouco acima do considerado ideal (% R.A. = 10%) segundo a Norma ASTM.

Ainda na tabela 3.2 do capítulo 03 foi apresentado o tamanho de grão segundo Norma ASTM E 112. Estes valores foram obtidos comparando-se o diâmetro médio do grão calculado (μm) com a tabela A2 de conversão.

⁴ R.A. = *percent relative accuracy*.

⁵ 95%CI = *95% confidence interval*.

Tabela A2. Tamanho do grão austenítico segundo a Norma ASTM E 112.

E 112

TABLE 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains

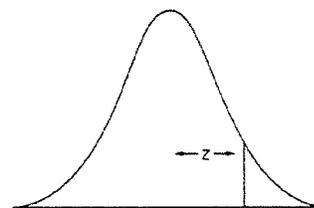
Grain Size No. G	\bar{N}_A Grains/Unit Area		\bar{A} Average Grain Area		\bar{d} Average Diameter		\bar{r} Mean Intercept		\bar{N}_L No./mm
	No./in ² at 100X	No./mm ² at 1X	mm ²	µm ²	mm	µm	mm	µm	
00	0.25	3.88	0.2581	258064	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.50	7.75	0.1290	129032	0.3582	358.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239	0.3021	302.1	0.2891	289.1	3.72
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	5.66	87.88	0.0114	11405	0.1068	106.8	0.0951	95.1	10.51
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703	0.0755	75.5	0.0673	67.3	14.87
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5	0.0566	56.6	17.68
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.00
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400.0

A comparação dos tamanhos de grãos entre si, para ambas as ligas, foi feita utilizando um método que consiste em comparar diversas médias a partir de um valor de referência. Para isso fez-se necessário determinar o intervalo de confiança a partir da distribuição normal para 95% de certeza a partir da expressão:

$$IC = X \pm z \left(\frac{s}{\sqrt{n}} \right) \tag{3}$$

O valor de z determina o nível de certeza do intervalo. Por exemplo, se for desejado um nível de confiança de 95%, deve-se consultar a tabela de áreas de distribuição normal padrão, encontrando um valor de 1,96. Outros valores de z estão apresentados na tabela A3.

Tabela A3. Área da cauda da distribuição normal padronizada.



z	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
0,0	0,5000	0,4960	0,4920	0,4880	0,4840	0,4801	0,4761	0,4721	0,4681	0,4641
0,1	0,4602	0,4562	0,4522	0,4483	0,4443	0,4404	0,4364	0,4325	0,4286	0,4247
0,2	0,4207	0,4168	0,4129	0,4090	0,4052	0,4013	0,3974	0,3936	0,3897	0,3859
0,3	0,3821	0,3783	0,3745	0,3707	0,3669	0,3632	0,3594	0,3557	0,3520	0,3483
0,4	0,3446	0,3409	0,3372	0,3336	0,3300	0,3264	0,3228	0,3192	0,3156	0,3121
0,5	0,3085	0,3050	0,3015	0,2981	0,2946	0,2912	0,2877	0,2843	0,2810	0,2776
0,6	0,2743	0,2709	0,2676	0,2643	0,2611	0,2578	0,2546	0,2514	0,2483	0,2451
0,7	0,2420	0,2389	0,2358	0,2327	0,2296	0,2266	0,2236	0,2206	0,2177	0,2148
0,8	0,2119	0,2090	0,2061	0,2033	0,2005	0,1977	0,1949	0,1922	0,1894	0,1867
0,9	0,1841	0,1814	0,1788	0,1762	0,1736	0,1711	0,1685	0,1660	0,1635	0,1611
1,0	0,1587	0,1562	0,1539	0,1515	0,1492	0,1469	0,1446	0,1423	0,1401	0,1379
1,1	0,1357	0,1335	0,1314	0,1292	0,1271	0,1251	0,1230	0,1210	0,1190	0,1170
1,2	0,1151	0,1131	0,1112	0,1093	0,1075	0,1056	0,1038	0,1020	0,1003	0,0985
1,3	0,0968	0,0951	0,0934	0,0918	0,0901	0,0885	0,0869	0,0853	0,0838	0,0823
1,4	0,0808	0,0793	0,0778	0,0764	0,0749	0,0735	0,0721	0,0708	0,0694	0,0681
1,5	0,0668	0,0655	0,0643	0,0630	0,0618	0,0606	0,0594	0,0582	0,0571	0,0559
1,6	0,0548	0,0537	0,0526	0,0516	0,0505	0,0495	0,0485	0,0475	0,0465	0,0455
1,7	0,0446	0,0436	0,0427	0,0418	0,0409	0,0401	0,0392	0,0384	0,0375	0,0367
1,8	0,0359	0,0351	0,0344	0,0336	0,0329	0,0322	0,0314	0,0307	0,0301	0,0294
1,9	0,0287	0,0281	0,0274	0,0268	0,0262	0,0256	0,0250	0,0244	0,0239	0,0233
2,0	0,0228	0,0222	0,0217	0,0212	0,0207	0,0202	0,0197	0,0192	0,0188	0,0183
2,1	0,0179	0,0174	0,0170	0,0166	0,0162	0,0158	0,0154	0,0150	0,0146	0,0143
2,2	0,0139	0,0136	0,0132	0,0129	0,0125	0,0122	0,0119	0,0116	0,0113	0,0110
2,3	0,0107	0,0104	0,0102	0,0099	0,0096	0,0094	0,0091	0,0089	0,0087	0,0084
2,4	0,0082	0,0080	0,0078	0,0075	0,0073	0,0071	0,0069	0,0068	0,0066	0,0064
2,5	0,0062	0,0060	0,0059	0,0057	0,0055	0,0054	0,0052	0,0051	0,0049	0,0048
2,6	0,0047	0,0045	0,0044	0,0043	0,0041	0,0040	0,0039	0,0038	0,0037	0,0036
2,7	0,0035	0,0034	0,0033	0,0032	0,0031	0,0030	0,0029	0,0028	0,0027	0,0026
2,8	0,0026	0,0025	0,0024	0,0023	0,0023	0,0022	0,0021	0,0021	0,0020	0,0019
2,9	0,0019	0,0018	0,0018	0,0017	0,0016	0,0016	0,0015	0,0015	0,0014	0,0014
3,0	0,0013	0,0013	0,0013	0,0012	0,0012	0,0011	0,0011	0,0011	0,0010	0,0010
3,1	0,0010	0,0009	0,0009	0,0009	0,0008	0,0008	0,0008	0,0008	0,0007	0,0007
3,2	0,0007	0,0007	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0005	0,0005	0,0005
3,3	0,0005	0,0005	0,0005	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0004	0,0003
3,4	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003	0,0002
3,5	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002
3,6	0,0002	0,0002	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
3,7	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
3,8	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001
3,9	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000

Fonte: Box, G. E. P.; Hunter, W. G., e Hunter, J. S., *Statistics for experimenters. An introduction to design, data analysis and model building*. Nova York, Wiley, 1978. Reproduzida com autorização da John Wiley & Sons, Inc.

A comparação dos tamanhos de grãos entre si foi realizada tomando-se como referência padrão a média 35 e 75 para as ligas A e B respectivamente. A partir do intervalo de confiança⁶, equação (3), para todos os tempos de tratamento térmico verificou-se se tais valores continham ou não o valor de referência (35 e 75).

Estatisticamente podemos afirmar que o tratamento a 1050°C em diferentes tempos resultou em amostras com diferentes tamanhos de grão apesar do desvio padrão ter sido considerado alto. Apenas uma exceção ocorreu na liga A, entre o tamanho de grão de 35 e 48µm indicando não haver diferença entre estes dois valores devido ao desvio padrão encontrado nas medidas. O intervalo de confiança obtido para as ligas A e B tratadas a 1050°C/10⁷ foram respectivamente [$31 < 35\mu\text{m} < 39$] e [$65 < 75\mu\text{m} < 85$], valores utilizados como referência. Por exemplo, para as ligas A e B tratadas por 16 horas o intervalo de confiança obtido foi [$72 < 88\mu\text{m} < 104$] e [$114 < 129\mu\text{m} < 144$] respectivamente, confirmando a diferença de tamanho de grão quando comparada com o valor de referência. Quando os resultados são comparados entre as ligas para o mesmo tempo de tratamento térmico, a diferença de tamanho de grão também é válida.

II. Fração volumétrica de martensita-ε - ligas A e B

Como já discutido no capítulo 04, o alto desvio padrão encontrado na fração volumétrica tanto para a liga A quanto para a liga B referentes aos estados deformado e recuperado são conseqüências da microestrutura heterogênea obtida durante a etapa de tratamento térmico.

Utilizando o método da comparação de médias tomando-se um valor como referência, chegamos a conclusão de que existe uma diferença estatística dos resultados quando comparados para diferentes tamanhos de grão. Neste caso foi utilizado o intervalo de

⁶ Intervalo de confiança – conjunto dos valores dentro do qual a média se situa, sendo que não se pode afirmar exatamente qual é este valor ou seja, todos têm exatamente a mesma probabilidade de ocorrência. http://members.tripod.com/alkimia/estatistica/intervalo_conf.htm

confiança a partir da distribuição de Student. Os valores da constante t estão apresentados na tabela A4.

$$\bar{x} - t_{N-1} \frac{s}{\sqrt{N}} < \mu < \bar{x} + t_{N-1} \frac{s}{\sqrt{N}} \quad (4)$$

Para a liga A, os valores de referência utilizados foram 68 e 6% (estado deformado e recuperado respectivamente). O número de medidas⁷ neste caso foi $n=8$ e um valor $t=2,447$

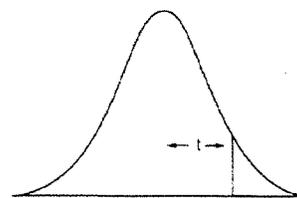
Para a liga B, os resultados de fração volumétrica (estado deformado e recuperado) indicaram uma diferença estatística significativa ao que se refere a diferença de tamanho de grão, confirmando que o refinamento da microestrutura melhorou tanto a transformação quanto a reversão da martensita- ϵ .

Porém quando a análise estatística foi aplicada para analisar a transformação cristalograficamente reversível $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ em função do número de ciclos, os resultados indicaram que na maioria das situações analisadas não houve uma diferença significativa confiável. Portanto, em nosso caso, não podemos ainda afirmar com certeza absoluta que a quantidade de martensita induzida durante a transformação foi tanto maior quanto maior o número de ciclos para o estado deformado e recuperado.

A tendência dos resultados é clara principalmente quando todas as propriedades analisadas nesta tese são correlacionadas entre si, fortalecendo a análise qualitativa. O que o método estatístico utilizado nos revelou é que não podemos afirmar com certeza quantitativa esta tendência e a contribuição desta em função do treinamento para diferentes tamanhos de grão.

⁷ Número de medidas: (111), (200), (202), (311), (10.0) e (10.1).

Tabela A4. Pontos de probabilidade da distribuição t com v graus de liberdade.



v	Área de probabilidade									
	0,4	0,25	0,1	0,05	0,025	0,01	0,005	0,0025	0,001	0,0005
1	0,325	1,000	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657	127,32	318,31	636,62
2	0,289	0,816	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	14,089	22,326	31,598
3	0,277	0,765	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	7,453	10,213	12,924
4	0,271	0,741	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	5,598	7,173	8,610
5	0,267	0,727	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	4,773	5,893	6,869
6	0,265	0,718	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	4,317	5,208	5,959
7	0,263	0,711	1,415	1,895	2,365	2,998	3,449	4,029	4,785	5,408
8	0,262	0,706	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	3,833	4,501	5,041
9	0,261	0,703	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	3,690	4,297	4,781
10	0,260	0,700	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	3,581	4,144	4,587
11	0,260	0,697	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	3,497	4,025	4,437
12	0,259	0,695	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	3,428	3,930	4,318
13	0,259	0,694	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	3,372	3,852	4,221
14	0,258	0,692	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	3,326	3,787	4,140
15	0,258	0,691	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	3,286	3,733	4,073
16	0,258	0,690	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	3,252	3,686	4,015
17	0,257	0,689	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,222	3,646	3,965
18	0,257	0,688	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,197	3,610	3,922
19	0,257	0,688	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,174	3,579	3,883
20	0,257	0,687	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,153	3,552	3,850
21	0,257	0,686	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,135	3,527	3,819
22	0,256	0,686	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,119	3,505	3,792
23	0,256	0,685	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,104	3,485	3,767
24	0,256	0,685	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,091	3,467	3,745
25	0,256	0,684	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,078	3,450	3,725
26	0,256	0,684	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,067	3,435	3,707
27	0,256	0,684	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,057	3,421	3,690
28	0,256	0,683	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,047	3,408	3,674
29	0,256	0,683	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,038	3,396	3,659
30	0,256	0,683	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,030	3,385	3,646
40	0,255	0,681	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704	2,971	3,307	3,551
60	0,254	0,679	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	2,915	3,232	3,460
120	0,254	0,677	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	2,860	3,160	3,373
∞	0,253	0,674	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	2,807	3,090	3,291

Fonte: Box, G. E. P.; Hunter, W. G., e Hunter, J. S., *Statistics for experimenters. An introduction to design, data analysis and model building*. Nova York, Wiley, 1978. Pearson, E. S. e Hartley, H. O. (eds.), *Biometrika tables for statisticians*, vol. I, Cambridge University Press (1958). Fisher, R. A. e Yates, F., *Statistical tables for Biological, Agricultural and Medical Research*, Longman Group Ltd. (1974) - Tabela III. Reproduzida com autorização da John Wiley & Sons, Inc; Biometrika Trustees e Longman Group UK Ltd.

APÊNDICE II-

DETERMINAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DA MARTENSITA UTILIZANDO DIFRAÇÃO DE RAIOS X

O método da “Comparação Direta” desenvolvido por Averbach & Cohen é muito utilizado em metalurgia porque pode ser aplicado diretamente no sólido (em amostras policristalinas) [Averbach,1948]. Trata-se de um método que não requer uma amostra pura como referência podendo se utilizar como linha de referência à outra fase da mistura. Este método foi desenvolvido para medir a quantidade de austenita retida em aços endurecidos. Em alguns aços quando resfriados a partir da região da austenita, não ocorrem à transformação completa para martensita, sendo que a temperatura ambiente esses aços podem ser constituídos de martensita, austenita retida e também pode haver a presença de carbonetos não dissolvidos. Geralmente a análise por microscopia é satisfatória. Porém quando se trata de uma fração volumétrica menor que 15% da fase a ser estudada, então este método torna-se impreciso. Por outro lado, a técnica de difração de raios X se torna mais precisa quando se trata da análise para teores baixos de uma determinada fase (frações volumétricas até 25%) [Cullity, 1978].

A análise quantitativa utilizando o Método da Comparação Direta é baseada no fato de que a intensidade de difração da fase em questão depende da concentração dessa fase na mistura em geral. A relação entre a intensidade difratada e a concentração é obtida quando partimos da equação básica da intensidade de difração para uma amostra em pó. A equação (1) a ser utilizada depende muito do tipo de equipamento, mas vamos considerar um difratômetro que apresenta algumas características como:

- medições rápidas de intensidade;
- fator de absorção não depende de θ

$$I = \left(\frac{I_o A \lambda^3}{32 \lambda r} \right) \left[\left(\frac{\mu_o}{4\pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \left(\frac{1}{v^2} \right) \left[F^2 | P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu} \right) \quad (1)$$

I – Intensidade integrada por unidade de comprimento da linha de difração ($\text{joules sec}^{-1}\text{m}^{-1}$)

I_o – Intensidade do feixe incidente ($\text{joule seg}^{-1}\text{m}^{-1}$)

e - carga do elétron $1,602 \times 10^{-31}$ C

m – massa do elétron $9,109 \times 10^{-31}$ Kg

μ_o - $4\pi \times 10^{-7}$ mKgC⁻²

λ - comprimento de onda do feixe incidente (m)

r – raio do círculo do difratômetro (m)

A – área transversal do feixe incidente (m^2)

v – volume da célula unitária (m^3)

F – fator de estrutura

p - fator de multiplicidade

θ - ângulo de Bragg

e^{-2M} - fator de temperatura (função de θ)

μ - coeficiente linear de absorção

A Equação (1) é aplicada para uma amostra policristalina com grãos orientados ao acaso formando ângulos iguais dos feixes incidentes e difratados. Renomeando os termos da Equação (1):

$$k_2 = \left(\frac{I_o A \lambda^3}{32\pi r} \right) \left(\left(\frac{\mu_o}{4\pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right)$$

$$R = \left[\frac{1}{v^2} \right] \left[|F|^2 P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] e^{-2M}$$

A intensidade difratada pode ser escrita como:

$$I = \frac{k_2 R}{2\mu} \quad (2)$$

onde, K_2 é uma constante que independe do tipo e quantidade da substância difratada, e R depende de θ , hkl e do tipo da substância. Escrevendo a Equação (2) para duas fases: γ e ε temos:

$$I_\gamma = \frac{k_2 R_\gamma C_\gamma}{2\mu} \quad I_\varepsilon = \frac{k_2 R_\varepsilon C_\varepsilon}{2\mu}$$

dividindo as intensidades encontramos:

$$\frac{I_\gamma}{I_\varepsilon} = \frac{C_\gamma R_\gamma}{C_\varepsilon R_\varepsilon} \quad (3)$$

Os valores de C_ε e C_γ se referem às concentrações das fases γ e ε respectivamente. Esses valores podem ser obtidos através das medidas das intensidades integradas dos picos de difração referentes a cada fase e através do cálculo do parâmetro de reflexão R dessas fases. Uma vez obtida a razão C_γ/C_ε obtém-se a fração volumétrica de cada fase a partir da Equação (4):

$$C_\varepsilon + C_\gamma = 1 \quad (4)$$

Quando se utiliza o monocromador de grafita, o parâmetro de reflexão das fases é obtido a partir da Equação (5), o ângulo 2θ é obtido diretamente do difratograma e o ângulo 2α é igual $26,50^\circ$ quando se utiliza um monocromador de grafita.:

$$R = \left[\frac{1}{v^2} \right] \left[|F|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\alpha \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] e^{-2M} \quad (5)$$

O fator de estrutura F de um plano hkl contendo $1,2,3\dots N$ átomos respectivamente nas posições $U_1, V_1, W_1, \dots, U_n, V_n, W_n$ são dadas pela expressão:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n e^{2\pi i(hU_n + kV_n + lW_n)} \quad (6)$$

onde f_1, f_2, \dots, f_n se referem ao fator de espalhamento atômico que é uma função do θ e λ . Como estamos trabalhando com uma liga com vários elementos, o fator de espalhamento atômico é calculado levando-se em consideração a composição química da liga através da equação (7):

$$f_n = \sum_{c,f=1}^n c_1 f_1 + c_2 f_2 + c_3 f_3 + \dots + c_n f_n \quad (7)$$

O fator de espalhamento atômico f_n depende de $\sin\theta/\lambda$ que é um valor tabelado para cada elemento, porém os valores tabelados não forneciam os pontos necessários para nosso caso, então foi utilizada a Figura A1 obtida a partir dos valores tabelados [Cullity 1978].

A expressão (6) nos permite avaliar quais são as reflexões necessariamente ausentes e as presentes nos diversos sistemas. A Tabela A5 [Mirkin, L. I. 1964] apresenta o fator de estrutura $|F|^2$ e o fator de multiplicidade (p) para alguns planos dos sistemas cúbico e hexagonal.

Tabela A5. Fator de estrutura e o fator $|F|^2$ de multiplicidade (p) para os sistemas cúbico e hexagonal

hkl	F^2	p
111	$16f_n^2$	8
200	$16f_n^2$	6
220	$16f_n^2$	12
311	$16f_n^2$	24
10.0	f_n^2	8
10.1	$3f_n^2$	4
10.2	f_n^2	8
10.3	$3f_n^2$	8

O fator de multiplicidade (p) leva em conta a proporção relativa de planos que contribuem para a reflexão. É definido como o número de planos com mesmo espaçamento d.

O termo $\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$ se refere ao Fator de Polarização de Lorentz, que leva em conta o espalhamento do feixe por um elétron e por fatores trigonométricos. O efeito global dos fatores geométricos é diminuir a intensidade das reflexões que ocorrem para ângulos intermediários.

O termo e^{-2M} , fator de temperatura, leva em conta o aumento da vibração térmica com o aumento da temperatura. O aumento da vibração térmica além de causar expansão das células unitárias altera também a distância interplanar d, causando a diminuição das intensidades dos máximos de difração e aumentando a radiação de fundo (Background). O fator de temperatura depende do material e é uma função de λ e θ , $e^{-2M} = e^{-2B \left(\frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2}$, o termo B depende da massa atômica da substância, da constante de Planck, da constante de Boltzmann e da temperatura característica do cristal – que é obtida através da função de Debye. Como este fator depende do tipo de material, pode ser facilmente encontrado em tabelas, [Cullity, 1978] e [Mirkin, L. I., 1964].

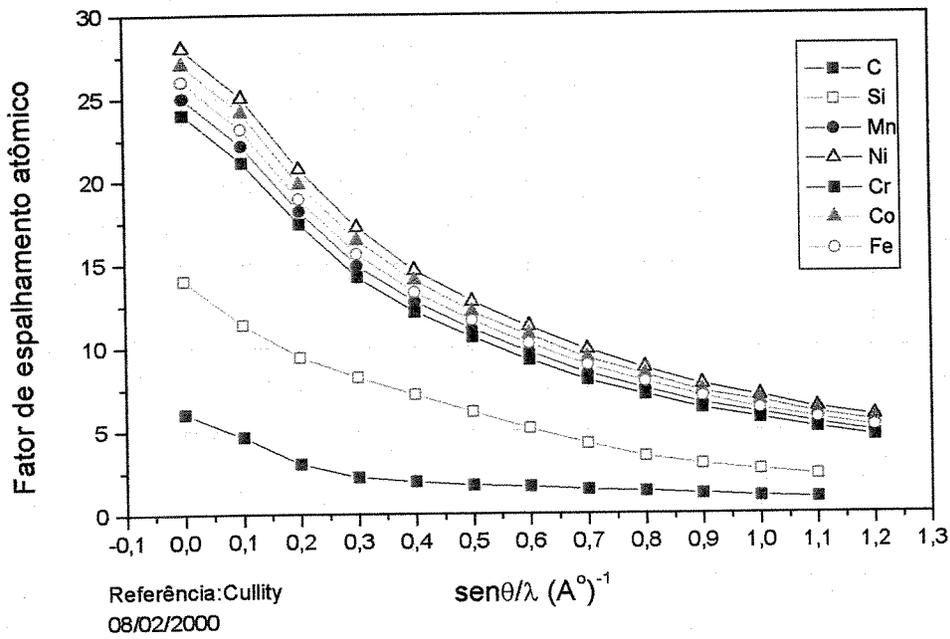


Figura A1 Fator de espalhamento atômico f_n em função de $\text{sen}\theta/\lambda$.

Tabela A6. Fator de espalhamento atômico para os planos (hkl) e (hk.l)

$f\left(\frac{\text{sen}\theta}{\lambda}\right)$	(111)	(200)	(220)	(100)	(101)
C	2,8	2,7	2,0	2,90	2,5
Si	9,0	8,6	7,2	9,2	8,9
Mn	17,0	16,0	13,0	17,7	16,8
Ni	19,3	18,2	15,0	20,0	19,0
Cr	16,1	15,0	12,2	16,8	16,0
Co	18,5	17,4	14,2	17,8	18,0
Fe	17,5	16,5	13,6	18,2	17,2

RELAÇÃO c/a

A relação c/a para o estado deformado e recuperado após o último ciclo de tratamento termomecânico foi calculada com base no ângulo de Bragg para cada condição de TG. Os picos levados em consideração para o cálculo foram: (10.0) ϵ e (10.1) ϵ , somente para o estado deformado, porque após a recuperação de forma o pico (10.0) praticamente desapareceu.

$$\text{sen}^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2$$

$$A = \frac{\lambda^2}{3a^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$$

APÊNDICE III

TRABALHOS PUBLICADOS EM ANAIS DE CONGRESSO E/OU SUBMETIDOS A REVISTAS

1. Trabalhos completos apresentados em congressos

- 1.1 Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Moura, C.M.; Mei, P.R.; Lepiensi, C.M., (1999), Nanoindentação em amostras inoxidáveis com efeito de memória de forma, XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, COBEM 99, 22 a 26 de novembro de 1999, Águas de Lindóia, SP, CD-ROM.
- 1.2 Nascimento, F.C.; Rigo, O.D.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Moura, C.M., (2000), Evolução das fases formadas durante tratamentos termomecânicos em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma, Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, CONEM 2000, 07 a 11 de agosto de 2000, Natal, RN, CD-ROM.

- 1.3 Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Cardoso, L. P.,(2000), Determinação das fases γ , ϵ , e α' por difração de raios X em ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma, Anais do 55º Congresso da ABM, 24 a 28 de julho de 2000, Rio de Janeiro, RJ, CD-ROM.

2 Resumos apresentados em congressos

- 2.1 Nascimento, F. C., Otubo, J., Cardoso, L.P., Mei, P. R., (2000), The austenite grain size effect on the precipitation of alpha'-martensite on stainless Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co shape memory alloy, Anais do 14º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CBECIMAT, 03 a 06 de dezembro de 2000, Águas de Lindóia, SP, p.74.
- 2.2 Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Lepiensi, C.M.; Jurca, F.H.; (2001), Comparação entre a dureza convencional e a dureza superficial de ligas inoxidáveis com efeito de memória de forma, Anais do XXIV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, São Lourenço-MG, 15 a 19 de maio de 2001, p. 298-299.
- 2.3 Nascimento, F. C.; Otubo, J.; Mei, P.R.; Cardoso, L. P.; (2001b), Análise quantitativa das fases formadas após o tratamento termomecânico em ligas Fe-Mn-Si-Cr-Ni-Co com efeito de memória de forma, Anais do XXIV Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, São Lourenço-MG, 15 a 19 de maio de 2001, p. 320.
- 2.4 Nascimento, F.C.; Otubo, J; Sorrila, F.V. and Mei P.R., (2001), Stainless shape memory alloys microstructure analysis by optical microscope using different etchants, XVIII Congresso da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise CSBMM2001, 28 a 31 de outubro de 2001, Águas de Lindóia, SP.

- 2.5 Nascimento, F.C.; Sorrila, F. V.; Otubo, J. and Mei, P.R. (2001), Morphology of stress induced α' -martensite on iron-based shape memory alloys, I Simpósio Mineiro de Ciência dos Materiais, SMCM, Ouro Preto-MG, Revista da Pesquisa e Pós-Graduação, Ano 3, vol. 3, n. 2, jul.-dez.2001, ISSN 1517-5405, p.51.

3 Trabalhos completos submetidos para revistas

- 3.1 Nascimento, F.C.; Otubo, J.; Sorrila, F. V. and Mei, P.R., (2002), Stainless shape memory alloys microstructure analysis by optical microscopy using different etchants, (*artigo completo submetido à revista Acta Microscópica em janeiro de 2002*).

- 3.2 Nascimento, F.C.; Sorrila, F. V.; Otubo, J. and Mei, P.R. (2002), Morphology of stress induced α' -martensite on iron-based shape memory alloys, (*artigo completo submetido à revista Materials Research em janeiro de 2002*).

- 3.3 Nascimento, F.C., Otubo, J.; Mei, P.R., Lepienski, C.M., (2002), Analysis of superficial hardness of the iron-based shape memory alloy using nanoindentation technique, (*artigo completo submetido à revista Scripta Materialia em fevereiro de 2002*).

4. Trabalho e resumo publicados em revistas internacionais

- 4.1 Otubo, J.; Nascimento, F.C.; Mei, P.R.; Cardoso, L.P. and Kaufman, M., (2002) Influence of austenite grain size on mechanical properties of stainless alloy, Materials Transactions, vol. 43, n. 5, p. 916-919.

- 4.2 Nascimento, F.C.; Otubo, J.; Sorrila, F. V. and Mei, P.R., (2002), Stainless shape memory alloys microstructure analysis by optical microscopy using different etchants, Acta Microscopica, Supplement A, p. 177-178. (*resumo estendido*).

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos nesta tese, novas propostas de trabalho podem ser sugestionadas com intuito de dar continuidade ao estudo das ligas inoxidáveis com EMF e principalmente confirmar os resultados obtidos através de outras técnicas para diferentes composições e tamanhos de grão.

Uma análise mais elaborada poderá ser obtida a partir de uma maior variação no tamanho de grão austenítico para um determinada composição. A partir desse ponto as análises feitas nesta tese (difração de raios X, treinamento, metalografia, dureza) poderiam ser repetidas porém analisando a cada ciclo (como feito na liga B) e associando a outras técnicas de análise como o uso da técnica da nanoindentação para estimar a dureza de cada fase presente após os ciclos de treinamento. Este resultado seria obtido após a adaptação de um reagente adequado que diferencie todas as fases após o tratamento termomecânico escolhido.

Ainda utilizando difração de raios X um parâmetro importantíssimo que poderá ser associado ao efeito do tamanho de grão nas propriedades de recuperação de forma, é a variação da energia de defeito de empilhamento com o refinamento da microestrutura que poderá ser associado com análises de microscopia eletrônica de varredura e transmissão.