MICROESTRUCTURA EN CINTAS DE ALEACION Fe-14Mn-6Si-8Cr-5.5Ni OBTENIDAS POR SOLIDIFICACION RAPIDA

Druker A.a,b*, Vermaut P.c, Ochin P.d, Malarría J.a,b

^aFacultad de Cs. Ex., Ingeniería y Agrimensura (UNR), Av Pellegrini 250, Rosario, Argentina
 ^bInstituto de Física Rosario (CONICET-UNR), Bv. 27 de Febrero 210 bis, Rosario, Argentina
 ^cGroupe de Métallurgie Structurale, UMR CNRS 70 45, ENSCP, 75231 Paris, France.
 ^dInstitut de Chimie et des Matériaux Paris-Est, UMR CNRS 7182, 94320 Thiais, France.

*Autor de correspondencia: España 427, (2000) Rosario, Argentina; e-mail: adruker@fceia.unr.edu.ar, phone 00543414808545, Fax 00543414218834

Recibido: Abril 2012. Aprobado: Septiembre 2012.

Publicado: Enero 2013.

RESUMEN

En las aleaciones Fe-Mn-Si, el efecto memoria de forma (EMF) está asociado con una transformación martensítica inducida por tensión. La transformación procede a partir de la fase austenítica, normalmente retenida a temperatura ambiente, a una martensita de estructura cristalina hexagonal compacta: (FCC) \rightarrow (HCP). Sin embargo, en la fabricación de cintas de aleación Fe-14Mn-6Si-8Cr-5.5Ni por medio de solidificación rápida, la fase ferrítica de alta temperatura puede retenerse, lo que no sólo inhibe la posibilidad del EMF, sino que además fragiliza el material. En las técnicas de *melt-spinning*, tanto el espesor de la cinta obtenida como las fases estables o metaestables resultantes, dependen principalmente de la presión de eyección del gas, la temperatura del líquido y de la rueda, y de la velocidad con que ésta rota. En este trabajo empleamos microscopía óptica, electrónica de transmisión y de barrido, para investigar las microestructuras obtenidas para diversas variables del proceso de *melt-spinning*. Además analizamos el efecto de tratamientos térmicos aplicados con el objeto de estabilizar la austenita a temperatura ambiente y optimizar su comportamiento de memoria de forma.

Palabras clave: memoria de forma, Fe-Mn-Si, microestructura, solidificación rápida.

MICROSTRUCTURE OF Fe-14Mn-6Si-8Cr-5.5Ni RIBBONS OBTAINED BY RAPID SOLIDIFICATION

ABSTRACT

In Fe-Mn-Si alloys, the shape memory effect (SME) is related to a stress-induced martensitic transformation. The transformation proceeds from the austenite phase, normally retained at room temperature, to a hexagonal-close-packed martensite: (FCC) \rightarrow (HCP). However, when ribbons of a Fe-14Mn-6Si-8Cr-5.5Ni alloy are manufactured by rapid solidification, the high temperature ferritic phase can be retained. As a consequence, not only decreases the materials capacity to recover its shape, but weakens the material, as well. In *melt-spinning* techniques, the thickness of the ribbons as well as the stable or metastable phases that result from the process, depend mainly on the gas ejection pressure, liquid temperature, and wheel temperature and rotation speed. In this work, we used optical microscopy and transmission and scanning electron microscopy, to investigate the microstructures obtained for various *melt-spinning* process variables. We also analyzed the effect of heat treatments applied in order to stabilize the austenite at room temperature and to optimize the shape memory behavior.

Keywords: shape memory, Fe-Mn-Si, microstructure, melt-spinning.

INTRODUCCION

En las aleaciones Fe-Mn-Si, el efecto memoria de forma (EMF) está asociado con una transformación martensítica inducida por tensión. La transformación procede a partir de la fase austenítica, normalmente estable a temperatura ambiente, a una martensita de estructura cristalina hexagonal compacta: (FCC) → (HCP). Estos materiales

han sido ampliamente estudiados desde su descubrimiento en el año 1982 debido a sus propiedades mecánicas y tecnológicas favorables [1–21], aun cuando la cantidad de deformación recuperable fuera bastante inferior a la obtenida en las aleaciones Ni-Ti. Para mejorar este comportamiento, se propusieron diferentes

procedimientos, tal como el agregado de elementos aleantes [5, 6], pre-tensiones [6, 7], temperatura de deformación [5-7] y tratamientos termomecánicos, conocidos como "entrenamiento" [5, 7, 9, 11, 15]. Aun cuando estos últimos mostraron ser muy efectivos, el incremento de los costos de producción y la dificultad de practicarlo en piezas de configuraciones complicadas, lo hacen poco viable. Posteriormente, Kajiwara et al. [13, 15] mostraron resultados beneficiosos sobre el EMF, introduciendo precipitados de NbC. Como el proceso involucra laminación seguida de un tratamiento de precipitación, se trata básicamente de un paso de entrenamiento [20]. En años recientes se obtuvieron muy buenas propiedades de memoria de forma mediante simples laminados en frío [22] o combinación de laminado y recocidos posteriores, sin necesidad del agregado de precipitados [23-25]. Por otro lado, con la incorporación de Cr se ha mejorado la resistencia a la corrosión, mientras que el Ni previene la formación de la fase σ de alta fragilidad.

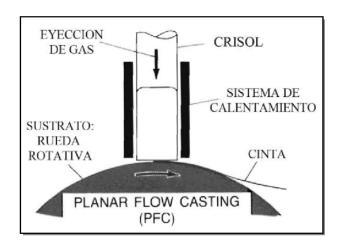


Fig. 1. Representación esquemática del proceso de *melt-spinning* en la modalidad denominada PFC [26].

Melt spinning, uno de los procesos industriales de solidificación rápida más importantes, es una forma alternativa de procesar aleaciones con memoria de forma. Como se muestra en la Fig. 1, el metal o aleación fundida es eyectado a través de una boquilla sobre una rueda de cobre rotativa, solidificando en forma de cinta. Con el incremento de la velocidad de enfriamiento mejoran las

propiedades del material [27, 28]. Las fases estables o metaestables resultantes, así como el espesor de la cinta, dependen principalmente de la presión de eyección del gas, la temperatura del líquido y de la rueda, y de la velocidad con que ésta rota. En 1989, Donner *et al.* [29] exploraron las posibilidades de obtener cintas de varias aleaciones Fe-Mn-Si con memoria de forma, variando la velocidad de la rueda. Varios años después, en 2008, Valeanu *et al.* [30] retomaron el tema, focalizando su estudio en las propiedades magnéticas y de memoria de forma.

En este trabajo, hemos producido cintas de aleación Fe14Mn-6Si-8Cr-5.5Ni por el método de *melt-spinning*, caracterizamos su microestructura y evaluamos sus propiedades de memoria de forma.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparamos cintas de aproximadamente 0.03 mm de espesor y 10 mm de ancho, mediante el proceso denominado Planar Flow Casting, una técnica común de *melt-spinning*, en atmósfera protectora de helio. La materia prima fue un lingote de composición nominal Fe15Mn-5Si-9Cr-5Ni preparado por fundición de materiales de calidad comercial, y colado en molde de arena. Pequeñas partes del lingote fueron luego fundidas por corrientes inducidas en un crisol de cuarzo y el líquido eyectado por presión de argón sobre una rueda rotativa de Cu-(Co, Be). Llevamos a cabo tres coladas; la Tabla 1 muestra las diferentes condiciones.

Tabla 1. Condiciones de obtención de tres cintas.

Cinta	Abertura boquilla (mm)	Vel. de la rueda (m.s ⁻¹)	Presión (mbar)	Temp. de colada (°C)	Temp. de la rueda (°C)
P	0,3	20	200	1450	25
R	0,3	20	200	1500	35
С	0,3	18	240	1515	40

La composición química de las cintas P, R v C, se determinó por el método de absorción atómica. Los tratamientos térmicos a diferentes temperaturas se realizaron en atmósfera protectora de argón, seguido de temple en agua. Realizamos análisis de fases por difracción de rayos X en un equipo Philips X-pert pro usando radiación Cu-K\alpha_1/K\alpha_2. Para caracterizar la microestructura empleamos los siguiente microscopios: Olympus PME3 equipado con dispositivo de contraste por inteferencia Nomarski (NIC); FEI Quanta 200 con Field Emission Gun, resolución de 10 nm y detector EBSD, y Philips EM300 operando a 100 kV. Las muestras para TEM fueron electropulidas usando la técnica de doble-jet en una solución de 90 % ácido acético/10 % ácido perclórico (vol.) a temperatura ambiente. Para observar la microestructura en una sección longitudinal, apilamos una serie de muestras y las sujetamos fuertemente mediante un "clip" adecuado: luego se montó el conjunto en resina epoxi y se procedió al pulido tradicional. Para evaluar las propiedades de memoria de forma, deformamos las cintas en una máquina de ensayos Instron 3362, y luego las calentamos hasta 550° C para activar la transformación inversa [31, 32].

RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 2 muestra el resultado del análisis de la composición química de las cintas.

Tabla 2. Composición química de las cintas (% peso).

	Fe	С	Mn	Si	Cr	Ni
P	65,88	0,09	14,02	6,13	8,26	5,62
R	65,94	0,1	13,73	6,33	8,32	5,58
C	66,04	0,09	13,92	6,24	8,12	5,59

En las aleaciones que contienen elementos estabilizadores de la F, como Cr y Si, y elementos estabilizadores de la A, como Mn y Ni, es corriente utilizar unas ecuaciones que engloban los efectos de cada uno de ellos, y permiten predecir si una, otra o ambas fases se encontrarán a temperatura ambiente. Se

denominan Cr_{eq} y Ni_{eq} (eq = equivalente), respectivamente. En esta aleación, la relación Cr_{eq} Ni $_{eq}$,es aproximadamente 1.69; por lo que la secuencia de solidificación esperada a partir del líquido (L), sería

$$L \rightarrow L+F \rightarrow L+A+F \rightarrow A+F$$

en proporciones que dependen de las condiciones reales en que transcurre el proceso [33].

En chapas laminadas de esta misma aleación, la fase A es normalmente retenida a temperatura ambiente [25]. En cambio, los difractogramas medidos en estas cintas mostraron que la solidificación rápida puede estabilizar la fase ferrítica. Las proporciones calculadas en las tres cintas, a partir de las intensidades registradas en los difractogramas, son las siguientes:

P: 100 % ferrita

R: 74 % austenita + 26 % ferrita

C: 88 % austenita + 12 % ferrita

La retención de ferrita en la cinta **P** podría estar ligada a la temperatura del sustrato (rueda) empleada en el proceso, lo que modifica la adherencia del material y por ende la transferencia de calor, incrementando la velocidad de enfriamiento. La ferrita no sólo fragiliza el material, sino que prácticamente anula la posibilidad del EMF, originado por transformación martensítica a partir de la austenita. En la Fig. 2 se muestra la imagen de SEM de la cinta **P**; la formación dendrítica se corresponde con las irregularidades en la superficie de la cinta, que se observan en la imagen de baja magnificación ubicada en el extremo superior-izquierdo.

El recocido a 1050° C durante 60 min. (Cinta **P10**) modifica completamente la morfología; se forman granos austeníticos poliédricos de unos 15 m, que se retienen por el temple en agua. La imagen de SEM de la Fig. 3a y la micrografía óptica de la Fig. 3b muestran, respectivamente, la superfície y el espesor de estas cintas. Con mayor magnificación, la Fig. 4 permite apreciar las placas de martensita formada durante el enfriamiento. Como consecuencia del tratamiento a 1050° C, se

incrementa la temperatura crítica de comienzo de transformación martensítica, Ms [1].



Fig. 2. Imagen SEM de la cinta **P** mostrando el crecimiento dendrítico de la F. En el centro de la muestra se observa una ramificación aflorando a la superficie.

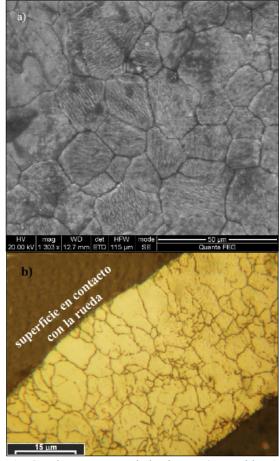


Fig. 3. Microestructura de la cinta **P10** recocida; a) imagen SEM de la superficie, b) imagen de microscopía óptica mostrando el espesor de la cinta.

La imagen de SEM de la cinta **R** (Fig. 5) muestra dendritas con ramificaciones secundarias que afloran a la superficie superior de la cinta, la que no ha estado en contacto con la rueda. La observación con TEM en una región ferrítica, muestra crecimiento celular y la presencia de precipitados en los bordes y en el interior de las celdas (Fig. 6). Con mayor sobrecalentamiento, la cinta **C** presenta 88% de fase A a temperatura ambiente sin requerir tratamiento térmico.

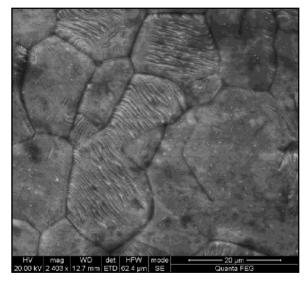


Fig. 4. Imagen SEM de la superficie de la cinta **P10**; se observan placas de martensita en el interior de los granos austeníticos.

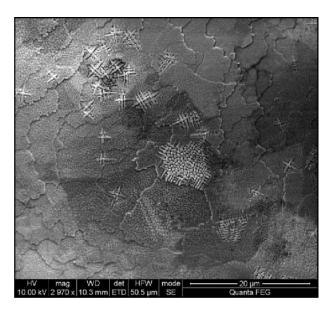


Fig. 5. Imagen SEM de la cinta **R** en su estado original; dendritas con ramificaciones secundarias, afloran a la superficie.

Las imágenes obtenidas con el TEM permiten identificar los granos austeníticos (Fig. 7a) con alta densidad de fallas de apilamiento y precipitados que no fueron detectados mediante RX. Los patrones de difracción obtenidos en área selecta en el TEM, no son consistentes con los compuestos intermetálicos ni los carburos que se presentan en la literatura; actualmente estamos trabajando en su identificación. En los granos ferríticos (Fig. 7b) la estructura de dislocaciones presenta morfología de celdas, formadas en la solidificación, mientras que los precipitados se encuentran localizados en el interior y en los bordes de esas celdas.

En ambas cintas, el tamaño de grano puede estimarse entre 3 y 7 m.

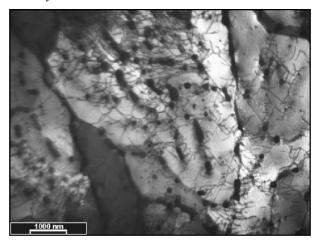


Fig. 6. Imagen TEM de la cinta **R**; el crecimiento es celular y se observan precipitados en los bordes y el interior de las celdas.

Para evaluar el EMF, se indujo la transformación martensítica mediante ensayos de tracción. Las probetas, de sección transversal 9.3 x 0.03 mm, y 19 mm. de longitud, se deformaron hasta el 3%. La transformación inversa se activó por calentamiento a 550° C, esto es, unos 100° C por encima de la temperatura de final de retransformación $\varepsilon \rightarrow \gamma$, $A_{\rm f}$. El grado de recuperación de forma (DSR) se calculó como:

$$DSR = \frac{l_1 - l_1}{l_1 - l_2} \%$$

Donde l_0 , l_1 and l_2 son longitud inicial, longitud luego de la deformación y longitud luego de la retransformación, respectivamente, medidas a partir de dos indentaciones Vickers realizadas en la superficie de las cintas. Los resultados obtenidos están resumidos en la Tabla 3. Los valores promedio de grado de recuperación de forma son muy próximos, a pesar de la marcada diferencia en la microestructura. La cinta P10 muestra un DSR asimilable al observado normalmente para estos materiales en estado solubilizado, no deformado. Por otra parte las cintas R y C desarrollaron, a partir de la solidificación rápida, una microestructura de fallas de apilamiento medianamente homogénea en la austenita, lo que favorecería la reversibilidad de la martensita [24]. Siendo éstas centros de nucleación de la estructura HCP, pueden originar un arreglo de placas finas apto para retornar a la fase matriz A por un camino reversible. Sin embargo, esto parece no ocurrir en este conjunto de cintas R y C. que presentaron valores de DSR semejantes a la P recocida, con una distribución de defectos menos densos. Aunque el resultado no es concluyente para la etapa en que se encuentra esta investigación, una primera aproximación a la respuesta puede estar ligada a la diferencia en tamaño de grano. Las cintas R y C conservan la estructura refinada de la solidificación rápida. Según Bhattacharya [34, 35], en una matriz de granos finos, la martensita encuentra restricciones al acomodamiento y, en el caso de las aleaciones con memoria de forma, pueden provocar deslizamiento plástico irreversible con cierta facilidad. Así mismo, los precipitados de un tamaño aproximado de 150 nm., incoherentes con la matriz austenítica que los rodea, podrían interferir en el movimiento inverso de la interfase A/M. Ambas restricciones pueden introducir un deterioro significativo en la reversibilidad de la transformación, revirtiendo la aparente ventaja introducida por la distribución fina, homogénea y de alta densidad de fallas de apilamiento.

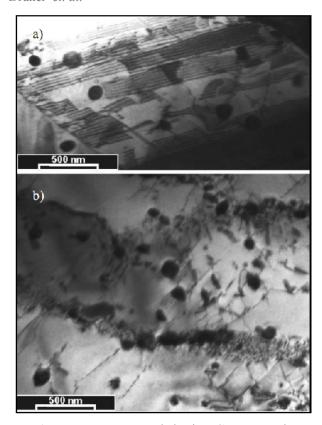


Fig. 7. Imágenes TEM de la cinta C en su estado original; a) alta densidad de fallas de apilamiento y precipitados en los granos austeníticos; b) estructura de celdas conteniendo precipitados en el interior y en los bordes de los granos ferríticos.

Tabla 3. Resumen de los ensayos de EMF.

Muestra	DSR (%)		
P10	52		
R	55		
С	55		

CONCLUSIONES

Este trabajo muestra la importancia del control de los parámetros del proceso, en la producción de cintas de aleación Fe-Mn-Si-Cr-Ni por *melt spinning*. Las principales conclusiones son:

1- La solidificación rápida obtenida por las técnicas de *melt spinning* puede estabilizar la fase ferrítica de alta temperatura, así como la austenita necesaria para lograr el efecto memoria de forma. El ajuste de los parámetros

de proceso es crítico, entre ellos la temperatura del sustrato.

- 2- El recocido a 1050°C por 60 min., bajo atmósfera de argón, seguido de temple en agua, elimina la ferrita y retiene la austenita a temperatura ambiente.
- 3- A pesar de la notable diferencia entre la microestructura recocida y las cintas tal cual coladas mediante *melt-spinning*, tanto en tipo como proporción de fases y defectos presentes, el grado de recuperación de forma medido en todas las muestras alcanza valores similares, del orden de aproximadamente 55 %.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue financiado gracias a los proyectos ANPCyT-PICT 2008/2140, Programas de Promoción de las Actividades 215409/2009 SecTyI (Prov. de Santa Fe) y MINCYT-ECOS A10E02.

REFERENCIAS

- Otsuka K. and Wayman C.M. (1998). "Shape Memory Materials", Cambridge University Press, New York.
- [2] Sato A., Soma E., Mori T. (1982). "Shape memory effect and mechanical behaviour of a Fe-30Mn-1Si alloy single crystal", *J. Physique* C4:797-802.
- [3] Sato A., Chishima E., Yamaji Y., Mori T. (1984). "Orientation and composition dependencias of shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys", *Acta Metall*. 32:539-547.
- [4] Sato A., Yamaji Y., Mori T. (1986), "Physical properties controlling shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys", *Acta Metall*. 34:287-294.
- [5] Otsuka H., Yamada H., Maruyama T., Tanahashi H., Matsuda S., Murakami M. (1990). "Effects of alloying additions on Fe-Mn-Si shape memory alloys". ISIJ Inter 30:674.
- [6] Yang J.H., Chen H., Wayman C.M. (1992).
 "Development of Fe-Based Shape Memory Alloys
 Associated with FCC-Centered Cubic-Hexagonal

- Close-Packed Martensitic Transformations: Part I. Shape Memory Behavior". *Metall. Mater. Trans.* A 23:1431.
- [7] Inagaki H. (1992). "Shape memory effect of Fe-14Mn6Si-9CR-6Ni alloys[J]. Polycrystals". Z. Metallkd. 83:90.
- [8] Inagaki H. (1992), Z. Metallkd. 83:97, citado en Baruj A, Troiani H. (2008) "The effect of pre-rolling Fe– Mn–Si based shape memory alloys: mechanical properties and TEM observations". Mat. Sci. Eng. A 481–482:574–7.
- [9] Wang X.X., Zhao L.C. (1992)."Effect of microstructure of austenite on the shape memory effect in an Fe-MnSi-Ni alloy". Scr. Mater. Metall. 26:1451.
- [10] Gu Q., Van Humbeeck J., Delaney L. (1994). "A review on the martensitic transformation and shape memory effect in Fe-Mn-Si alloys". J. Phys. IV 4:135.
- [11] Wang D.F., Chen Y.R., Gong F.Y., Liu D.Z., Liu W.X (1995). "The Effect of Thermomechanical Training on the Microstructures of Fe-Mn-Si Shape Memory Alloy". J. Phys. IV 5:527.
- [12] Bergeon N., Guenin G., Esnouf C. (1998). "Microstructural analysis of the stress-induced martensite in a Fe–Mn–Si–Cr–Ni shape memory alloy: Part I-calculated description of the microstructure", *Mat. Sci. Eng.* A 242:77.
- [13] Kajiwara S. (1999). "Characteristic features of shape memory effect and related transformation behavior in Febased alloys". *Mat. Sci. Eng.* A 67:273–275.
- [14] Sato A., Masuya T., Morishita M., Kumai S., Inoue A. (2000). "Strengthening of the Fe-Mn-Si basd shape memory alloys by grain size refinement". Proceedings of the International Symposium and Exhibition on Shape Memory Materials, Kanazawa, Japan, 1999. Mat. Sci. Forum 223:327–328.
- [15] Kajiwara S., Liu D., Kikuchi T., Shinya N. (2001). "Remarkable improvement of shape memory effect in

- FeMn-Si based shape memory alloys by producing NbC precipitates". *Scripta Mater.* 44:2809.
- [16] Baruj A., Kikuchi T., Kajiwara S., Shinya N. (2004). "Improvement of shape memory properties of NbC containing Fe–Mn–Si based shape memory alloys by simple thermomechanical treatments". *Mat. Sci. Eng.* A 378:333.
- [17] Wen Y.H., Yan M., Li N. (2004). "Effects of carbon addition and aging on the shape memory effect of Fe– Mn–Si–Cr–Ni alloys". Scripta Mater. 50:441.
- [18] Wen Y.H., Yan M., Li N. (2004). "Remarkable improvement of shape memory effect in Fe–Mn–Si– Cr– Ni–C alloy by ageing with deformation". *Scripta Mater.* 50:835.
- [19] Dong Z.Z., Kajiwara S., Kikuchi T., Sawaguchi T. (2005). "Effect of pre-deformation at room temperature on shape memory properties of stainless type Fe–15Mn–5Si– 9Cr–5Ni–(0.5–1.5)NbC alloys". *Acta Mater.* 53:4009.
- [20] Stanford N., Dunne D.P. (2006). "Effect of NbC and TiC precipitation on shape memory in an iron-based alloy". J. Mater. Sci. 41:4883.
- [21] Wen Y.H., Peng H.B., Sun P.P., Liu G., Li N. (2010). "A novel training-free cast Fe-18Mn-5.5Si-9.5Cr-4Ni shape memory alloy with lathy delta ferrite". *Scripta Mater.* 62:55-58
- [22] O. Söderberg, X.W. Liu, P.G. Yakovenko, K. Ullako, V.K. Lindroos(1999). "Corrosion behaviour of Fe–Mn–Si based shape memory steels trained by cold rolling". *Mat. Sci. Eng.* A 273–275 543–548.
- [23] Stanford N., Dunne D.P. (2006). "Thermomechanical processing and the shape memory effect in an Fe–Mn– Si-based shape memory alloy". *Mat. Sci. Eng.* A 422:352–359.
- [24] Baruj A, Troiani H. (2008) "The effect of pre-rolling Fe–Mn–Si based shape memory alloys: mechanical properties and TEM observations". *Mat. Sci. Eng.* A 481–482:574–7.

- [25] Druker A., Baruj A., Malarría J. (2010), "Effect of rolling conditions on the structure and shape memory properties of Fe-Mn-Si alloys", *Mater Charact*. 61:603612.
- [26] Liebermann H. H. (1984), "Rapidly solidified alloys made by chill block melt-spinning processes", *J. of Crystal Growth* 70:497-506.
- [27] Nagashio K., Kuribayashi K. (2006), "Experimental verification of ribbon formation process in chill-block melt spinning", *Acta Mater.* 54:2353–2360.
- [28] Hu C.T., Goryczka T., Vokoun D. (2004), "Effect of the spinning wheel velocity on the microstructures af FePd shape memory melt-spun ribbons", *Scripta Mater* 50:539-542
- [29] Donner P., Hornbogen E., Sade M. (1989). "Shape memory effects in melt-spun Fe-Mn-Si alloys". J. Mater. Sci. Lett. 8:37.
- [30] Valeanu M., Filoti G., Kuncser V., Tolea F., Popescu B., Galatanu A., Schinteie G., Jianu A.D., Mitelea I., Schinle D., Craciunescu C.M. (2008), "Shape memory and associated properties in Fe–Mn–

- Si-based ribbons produced by melt-spinning", *J. of Magnetism and Magnetic Mat.* 320:e164–e167.
- [31] Federzoni L. (1993), "Etude d'un acier inoxydable a mémorie de forme", PhD thesis, INSA-Lyon (France).
- [32] Li H., Dunne D., Kennon N. (1999), "Factors influencing shape memory effect and phase transformation behaviour of Fe-Mn-Si based shape memory alloys". *Mat. Sci. Eng.* A 273:517-523.
- [33] Suutala N, Moisio T. (1979) "Solidification and casting of metals". London: Metals Society p. 310, citado en Herrera C., de Lima N.B., Kliauga A.M., Padilha A.F. (2008), "Microstructure and texture of duplex stainless steel after melt-spinning processing", *Mater Charact*. 59:79-83.
 [34] Bhattacharya K., Conti S., Zanzotto G., Zimmer J. (2004), "Crystal symmetry and the
- [35] K. Bhattacharya, R. V. Kohn (1996). "Symmetry, texture and the recoverable strain of shape-memory polycrystals". *Acta Mater*, 44 2:529-542.

428:55-59.

reversibility of martensitic transformations", Nature