マルテンサイト変態に関する測定技術

村上恭和* 森戸茂一* 大塚和弘**

本稿では、典型的な一次無拡散型相変態であるマルテンサイト変態に関する実験技術を紹介する。マルテンサイト変態に関する実験技術は今日多岐にわたり、その中には一般的な測定法も少なくないので、そのすべてを詳細に限られた紙数で述べることはできない。ここでは以下の代表的な実験法の原理、問題点、最近の進展などについて簡潔に紹介したい。詳細については、文末の参考文献をご参照いただきたい。

1. マルテンサイト変態の検出と変態温度の決定

マルテンサイト変態の検出、或いは変態温度の決定を精度良く行うためには、変態に際して顕著な変化を示す物理量を測定すればよい。今日、この目的で最も一般的に用いられている方法の一つに DSC (differential scanning calorimetry) 法がある。変態に伴う熱の出入りを検出する原理については周知の通りであるが、詳しくは文献(1)を参照していただきたい。この方法は非常に簡便である上に、変態のエントルピー、更には(精度は高くないが)比熱までもが求まり汎用性も高いが、その一方で昇降温速度、試料重量、試料容器の熱容量など、測定結果に直接影響を及ぼす因子が存在する。例えば図1は $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{48.5}\text{Fe}_{1.5}$ 合金の母相→R 相(trigonal)変態温度を異なる昇降温速度で測定した結果であるが、正変態終了温度(R_f 点)の測定値は降温速度を $8.3 \times 10^{-3} \text{ K/s}$ から $3.3 \times 10^{-1} \text{ K/s}$ に上昇させると 10 K 程も低くなってしまふのが分かる。この現象は昇降温速度が増すと、試料容器で隔てられた試料とモニター用熱電対の温度差が実質的に広がること

に起因する。この問題に対してし Höhne ら⁽²⁾や Airoldi ら⁽³⁾が温度補正法を提唱しており、特に Airoldi らは Ti-Ni 合金の母相-R 相変態にこの補正法を適用したところ、様々な昇降温速度において変態温度がほぼ一定値として得られたことを報告している。ただし昇降温速度はある程度速い方が感度は高くなることを注意しておこう。

変態温度を決定するその他の方法としては、電気抵抗測定法や引張試験機を使って定荷重の下で試料を昇降温させて変態歪を検出する方法⁽⁴⁾などがある。またマルテンサイト変態に伴う表面起伏が出現する温度を光学顕微鏡観察により決定

図1 DSC法で測定した $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{48.5}\text{Fe}_{1.5}$ 合金における母相-R 相変態温度の昇降温速度依存性. (R_s : 正変態開始温度, R_f : 正変態終了温度, AR_s : 逆変態開始温度, AR_f : 逆変態終了温度).

* 筑波大学大学院生; 工学研究科

** 筑波大学教授; 物質工学系(〒305 つくば市天王台1-1)

Measuring Techniques for Martensitic Transformations; Yasukazu Murakami, Shigekazu Morito, Kazuhiro Otsuka (Institute of Materials Science, University of Tsukuba, Tsukuba)

Keywords: martensitic transformation, computer simulation, differential scanning calorimetry, tensile test, optical microscope, X-ray diffraction, electron microscope

1995年12月11日受理

する方法があり、変態の進行が同時に観察できる点で利点があるが、変態開始温度に比べて変態終了温度が決定しにくい難点がある。

ところで上述した変態温度の測定法はマルテンサイト変態が時間依存性を示さない場合(非等温変態)を念頭に置いたものであるが、一部の Fe 系合金, In-Tl 合金, Na などでは試料をマルテンサイト開始温度(M_s 点)直上で保持しても、ある潜伏期間を経てからマルテンサイト変態が起こる(等温変態)。等温変態に関する詳細は文献(5), (6)を参照していただきたいが、これらの研究では等温変態を、母相の X 線 Bragg 反射の半値幅, 帯磁率(Fe 系合金), 電気抵抗値などが潜伏期間後に著しく変化することに注目して検出している。

一方超弾性や形状記憶効果など、マルテンサイト変態に付随する機械的性質を測定し、変態歪や形状回復率などを定量的に求める手法に関しては、引張試験による応力-歪曲線や定荷重下での歪-温度曲線の測定が有用である。これらに関しては、例えば文献(7)を御参照いただきたい。

2. マルテンサイト変態の結晶学的パラメーターの決定法

マルテンサイト変態には合金系に固有な晶癖面や母相-マルテンサイト間の結晶方位関係が存在し、これらを“結晶学的パラメーター”として正確に決定することは、マルテンサイト変態の現象論⁽⁸⁾⁽⁹⁾に基づいて変態機構を議論する上で極めて重要なポイントである。この節では、母相単結晶試料に生じたマルテンサイトから結晶学的パラメーターを測定する方法を紹介する。

(1) 結晶方位の精密化とラウエパターンのコンピューターシミュレーション

以下に挙げる結晶学的パラメーターを求めるためには、まず母相単結晶の方位を X 線ラウエ法で正確に決定する必要がある。従来ラウエ法の解析にはウルフネットや Greninger chart を使ったグラフィカルな解析が行われてきたが、この場合の精度は良くても 0.5° 程度である。これに対して大庭ら⁽¹⁰⁾は四軸回折計で用いる方位行列をラウエ写真の解析に導入して、線形最小二乗法により単結晶の方位をより精密かつ簡潔に決定する方法を確立した。更に方位行列の導入により、ラウエパターンのコンピューターシミュレーション法が確立され、対称性が低いために解析が難しかったマルテンサイトのラウエ写真に対しても、方位の決定や結晶構造の同定などが比較的簡単に行えるようになった。今、図 2 のように入射 X 線に対して X-Y-Z なる空間に固定した座標系をとる。原点は結晶(マルテンサイト)の逆格子の原点と一致しており、またラウエフィルムは X-Z 平面と平行に置かれている(背面反射ラウエ法)。方位行列は結晶の逆格子軸($a^*b^*c^*$)

図 2 背面反射ラウエ法におけるラウエスポット(xz)とこれに対応する結晶の面(hkl)との幾何学的関係⁽¹⁰⁾。この関係に注目して、あらゆる構造の結晶に対してラウエパターンのコンピューターシミュレーションを行う(本文参照)。

の X, Y, Z 各軸に対する方向余弦を成分として与えられるが、この結晶の任意の面 hkl とこれに対応する X-Y-Z 座標上での逆格子ベクトル($x^*y^*z^*$)、および hkl 反射に対するラウエ写真上のスポット位置(xz)には以下の関係がある。

$$\begin{pmatrix} a_x^* & b_x^* & c_x^* \\ a_y^* & b_y^* & c_y^* \\ a_z^* & b_z^* & c_z^* \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x^* \\ y^* \\ z^* \end{pmatrix} \quad (1)$$

$$x^* = \frac{xR}{L}, \quad y^* = R - R \cos 2\theta, \quad z^* = \frac{zR}{L} \quad (2)$$

R は Ewald 球の半径, L は試料とフィルム上のスポットとの距離, 2θ は回折角である。即ち式(1)で方位行列(シミュレーションを行うべき方位)と面 hkl を指定すればこれに対応する($x^*y^*z^*$)座標が求まり、更に式(2)からこれに対応するラウエ写真上のスポット位置(xz)が分かる。この方法を用いて Ni-Al 合金の 14M(7R) マルテンサイトの同定を行った例を図 3 に示す⁽¹¹⁾。なお、この方法に基づくラウエパターンのシミュレーションプログラム“XLAUE”(江村 豊作成)は niftyserve のフリーソフトウェアとして利用できる。

(2) 晶癖面、双晶面の決定

試料表面が互いに 90° になるように予め研磨した角柱状単結晶試料に対して、試料エッジと晶癖面(双晶面)のなす角度を隣り合う二つの試料表面について測定すれば、ラウエ法で決定した母相単結晶試料の方位を基に晶癖面(双晶面)法線が

図3 ラウエパターンのシミュレーション法を用いてマルテンサイトの結晶構造の同定を行った例(Ni-37.0原子%Al合金における14M(7R)マルテンサイト⁽¹¹⁾)。

(a) 14M(7R)マルテンサイトのラウエ写真, (b) 14M(7R)マルテンサイトに対するラウエパターンのコンピュータシミュレーション, (c) (b)に基づいて(a)に指数付けした結果。

ユニークに決定される(二面解析法)。この方法の詳細については文献(12)を参照していただきたい。

(3) 母相-マルテンサイトの結晶方位関係

共存する母相-マルテンサイトの境界部分からの両相のラウエパターンを一枚の写真に同時に撮影し, (1)で述べた方法から各相の方位行列を決定すれば結晶方位関係が求められる。この方法を適用した解析例としては例えば文献(11)を参照していただきたい。

(4) 形状歪の測定

マルテンサイト変態に伴う外形変化(形状歪)は scratch displacement technique (SDT)法によって定量的に決定できる⁽¹³⁾。この方法における入力データは(図4), ①晶癖面と試料面とがなす角度(β), ②マルテンサイトの表面起伏(ϕ), ③試料表面につけた複数の引っかきキズ(scratch)の角度変化($\rho \rightarrow \rho'$, $\sigma \rightarrow \sigma'$)の三つである。 β は二面解析法で, ϕ は微分干渉顕微鏡を用いて, また ρ などは光学顕微鏡により測定できる。これらの入力データから形状歪の大きさ(m_1), および方向($(d_1 d_2 d_3): j_1 j_2 j_3$ 座標系で表した単位ベクトル)が次式から求められる。

$$D = \frac{-\cot \sigma' + \cot \rho'}{-\cot \sigma + \cot \rho} \quad (3)$$

$$\frac{d_2}{d_3} = \cot \phi (D - 1) \quad (4)$$

$$\frac{d_1}{d_3} = \cot \phi (D \cot \sigma - \cot \sigma') \quad (5)$$

$$m_1 = \frac{-\tan \phi}{\sin \beta (d_3 + d_2 \tan \phi)} \quad (6)$$

図4 マルテンサイト変態の形状歪($m_1 d_1$)を決定する Scratch Displacement Technique (SDT)法における入力データ(試料と晶癖面のなす角: β , 表面起伏: ϕ , および複数の引っかきキズの角度変化: $\rho \rightarrow \rho'$ など)。図中の $j_1 j_2 j_3$ 直交座標系は, j_1 は晶癖面と母相試料表面との交線と平行に, j_2 は母相試料表面と平行に, j_3 は j_1, j_2 と直交するようにとってある。解析法については本文参照のこと。

形状歪の新しい測定技術としては以下の報告がある。Marukawa⁽¹⁴⁾は透過型電子顕微鏡試料(母相)中に生成したマルテンサイト(或いはベイナイト)プレート内部に等厚干渉縞の性質を持つ新しいタイプの干渉縞を見出し, これがマルテンサイト(ベイナイト)変態に伴うせん断変形に由来することを示した上で, この干渉縞を用いて形状歪の大きさと方向を決定する方法を提唱した。また Yamamoto ら⁽¹⁵⁾はマルテンサイトの表面起伏を STM (scanning tunneling micro-

spectroscopy)およびAFM (atomic force microscope)を用いて定量的に測定し、同時にバリエーションの同定を行う手法を示している。

3. マルテンサイト変態の研究における電子顕微鏡の役割

マルテンサイト変態の機構を原子的スケールで追求する上で電子顕微鏡⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾の果たす役割は極めて大きい。一方、近年の電子顕微鏡技術の向上は著しく、例えば分解能の向上(～0.1 nm)、定量的記録媒体の登場(イメージングプレート、slow scan CCD)などが挙げられるが⁽¹⁸⁾、ここでは電子顕微鏡を使うとマルテンサイト変態に関して何が分かるかについて述べることにする。

(1) マルテンサイトの結晶構造

マルテンサイトの結晶構造解析は変態機構の議論に不可欠なだけでなく、正確な結晶構造は電子構造の計算上にも必要な情報である。ところが対称性の低いマルテンサイトには多くのバリエーションが存在するために単結晶を得るのは一般に難しく、X線を用いた単結晶構造解析法の適用が困難である。このために電子線回折による構造解析が極めて有用である。電子線回折を用いた構造解析で成功した例としてはCu-Al合金の6M(18R)構造⁽¹⁹⁾、Cu-Zn合金のmodified 6M(9R)構造⁽²⁰⁾の解析が挙げられる。

一方もしマルテンサイトの単結晶が得られれば、X線を用いてより精密で容易な構造解析を行うことができる。Ohbaら⁽²¹⁾⁽²²⁾はAu-47.5原子% Cd合金の2O(2H)マルテン

サイト、およびAu-49.5原子% Cd合金のtrigonalマルテンサイトの単結晶試料を応力誘起変態の手法を用いて作製し、四軸回折計を用いて精密結晶構造解析に成功した。

(2) 格子欠陥のキャラクタリゼーション

マルテンサイトが無歪無回転の晶癖面を作るためにはすべり或いは双晶変形(格子不変変形)の導入が必要であり、これらのモードを決定することは結晶学的な観点から重要である。後者は光学顕微鏡でも観察が可能であるが、前者については電子顕微鏡を用いて初めて(積相欠陥として)直接観察ができ、更には転位のバーガースベクトルの決定が行える。マルテンサイト中のバーガースベクトルの決定に関しては文献⁽²³⁾を参照していただきたい。

(3) マルテンサイトの形態

冷却で生じるマルテンサイトは変態に伴う歪を緩和するために自己調整組織という独特な形態を示す。自己調整するマルテンサイトの基本形態の観察や組織を形成するバリエーションの同定には電子顕微鏡が有用であり、これを示す例としては文献⁽²⁴⁾、⁽²⁵⁾などがある。しかしながら電子顕微鏡試料による観察ではいわゆる薄膜効果を常に念頭に置く必要があり、結果はバルク試料における性質と結びつけて考察するべきである。バルク試料における自己調整組織の解析については文献⁽²⁶⁾、⁽²⁷⁾などを参照していただきたい。

(4) 界面の構造

母相とマルテンサイト間、或いはマルテンサイトの双晶界面の構造は重要な問題であり、最近高分解能電子顕微鏡を用

図5 Cu-Al-Ni合金の2O(2H)マルテンサイトにおける $(1\bar{2}1)_M$ 第I種双晶界面の高分解能電子顕微鏡写真⁽²⁹⁾。

いて詳しい研究が行われている⁽²⁸⁾⁻⁽³⁰⁾。例えば Cu-Al-Ni 合金の 2O(2H) マルテンサイトの第 I 種双晶 (K_1 面(双晶面)) に対して鏡映対称の関係にある双晶) 界面は、図 5 に示す通り ($1\bar{2}1$)_M 面で整合性を保った極めてシャープな界面であることが分かる。

(5) ベイナイト変態への応用

ベイナイト変態には、マルテンサイト変態と同様のせん断変形機構に加えて原子の拡散が関与するために濃度変化が伴う。ベイナイト変態の機構を解明する上では拡散が変態のどの段階で起こるかを明らかにすることが重要なポイントとなる。Nakata ら⁽³¹⁾は生成直後のベイナイトプレートと、これと共存する母相の組成を分析電子顕微鏡(EDS)の技術を用いて調べたところ、両者には Cu 濃度の相違が認められ、拡散はベイナイト変態のかなり初期の段階から起こるとの報告をしている。

(6) ALCHEMI 法による第三元素位置の決定

形状記憶合金として最も実用性の高い Ti-Ni 合金に Fe や Cu などの第三元素を加えると変態温度や変態様式(変態のモード)が大きく変化する。ここでは色々な第三元素が Ti-Ni 合金中のどのサイトに入るかを明らかにすることが重要な問題となるが、最近 ALCHEMI 法を用いた占有サイトに関する詳しい研究がなされた。これについては文献(32)を参照していただきたい。

(7) 動的観察の重要性

動的観察は実際には難しい実験である。例えば加熱ホルダーを使って電子顕微鏡試料を加熱すると(熱膨張に起因する)熱的ドリフトが生じ、更にマルテンサイト変態には形状変化が伴うために動的観察を高倍率で特定の視野に対して行うことはかなり難しい。しかしながら相変態の機構を理解する上で動的観察(その場観察)は基本であり、しばしば重要な結果が引き出される。また変態の過程を VTR に記録すれば、例えば分かりにくい生成直後のマルテンサイトの形態なども繰り返し観察することもできる。

4. マルテンサイト変態の機構解明に用いるその他の方法

マルテンサイト変態の機構解明のための実験手法としては、2 節で述べた結晶学的パラメーターの決定の他に以下のような方法がある。

(1) 弾性定数の測定

変態における格子の不安定性を調べる方法として弾性定数の測定があるが、測定方法は静的方法と動的方法に大別できる。静的方法は、例えば引張試験やまげ試験によるヤング率

の測定である。一方テンソル量である弾性定数をより詳しく求めるには動的方法が用いられ、ここでは数 MHz 以上の周波数を持つ超音波が試料中を伝播する速度から弾性定数を求める方法と、数百 kHz 以下の周波数の音波を用いて共振周波数から弾性定数を求める方法とがある。パルスエコー法は前者の代表例であり、例えば立方晶の試料に対しては[110]方向に進む二つの横波と一つの縦波の速度が分かれば独立な三つの弾性定数 c_{11} , c_{12} , c_{44} が求められる。しかしこの方法には、試料に対称性の高い特定の面を正確に出すことなどが要求され、これらの精度が弾性定数の値に直接影響を及ぼす。これに対して直方体共鳴法では試料に特定の面を持たせることは不用で、一つの直方体試料を使って様々な固有振動モードを励起・検出して弾性定数を決定する。また他の方法には適用できない小さな試料(2 mm 角程度)でも測定ができる点も特徴である。直方体共鳴法の解析では、実験で得た共振周波数を入力データとして与え、これらの値を満足させるように予め初期値として入力した凡その弾性定数(c_{11} , c_{12} , c_{44})をリファインして行くというプロセスをとる。したがって計算に手間がかかるという問題があるが、最近のコンピュータ技術の発達はこの問題を補っている。この方法に関する詳しい解説としては文献⁽³³⁾がある。

(2) フォノン分散関係の測定

中性子非弾性散乱によるフォノン分散関係の測定⁽³⁴⁾は、かつてはソフトモードとの関連で興味を持たれていた。典型的な一次相変態であるマルテンサイト変態に対してはソフト・モードは存在しないことが今日では分かっているが、この方法は今でもマルテンサイト変態に伴う格子の不安定性を議論する際によく用いられる。例えば Au-49.5 原子% Cd 合金における母相の $TA_2[\zeta\zeta 0]$ ブランチなど⁽³⁵⁾、特定のモードに現れるディップは母相格子の動力学と結びつけて議論される。

(3) X 線回折による構造変化の直接観察

ゴム弾性的挙動⁽³⁶⁾の出現など、マルテンサイトの時効効果を議論する際には、時効に伴い結晶構造にいかなる変化が起こるかを詳しく調べるのがしばしば重要となり、これに対しては単結晶 X 線回折法による構造変化の直接観察が有用である。最近、四軸回折計を使った単結晶 X 線回折法による実験が Au-47.5 原子% Cd 合金⁽³⁷⁾などに対して行われ、時効しても Bragg 反射の積分強度やピーク位置に変化が起こらないことから、時効に伴うマルテンサイトの平均構造(長範囲規則度)の変化はないことが実証され、この研究に関する今後の指針を与えた。一方、更にローカルな構造上の変化を問題とする時は X 線散漫散乱の測定を行うべきであり、時効効果の問題に対しては現在まさにこの手法が適用されている。

(4) コンピューターシミュレーション

多くのマルテンサイト変態はほぼ音速のオーダーで進行するために、変態の過程を原子的スケールで観察することは不可能である。しかし分子動力学法に基づいてマルテンサイト変態のコンピューターシミュレーションを行えば、変態に伴う原子の移動を直接目で見るができる。この意味で最近精力的に研究がなされつつある(例えば文献(38), (39))。更にコンピューター技術の発達に相まって今後ますます発展をとげる分野と思われる。

本稿を執筆するに当たり有意義な御助言を賜りました筑波研究学園の鈴木哲郎先生、大阪大学の山本雅彦先生に感謝の意を表します。なお、図1で用いたDSCの測定結果は筑波大学理工学研究科(大塚研究室)の高妻 誠氏のデータを引用したものである(1995年度筑波大学修士論文に掲載予定)。

文 献

- (1) 前園明一：熱分析，結晶評価技術ハンドブック，小川智哉，高須新一郎，坂部知平編，朝倉書店，(1993)。
- (2) G. W. Höhne, H. K. Cammenga, W. Eysel, E. Gmelin and W. Hemminger: *Thermochimica Acta*, **160**(1990), 1.
- (3) G. Airoldi, G. Riva, B. Rivolta and M. Vanelli: *J. Thermal Analysis.*, **42**(1994), 781.
- (4) S. Miyazaki and A. Ishida: *Mater. Trans. JIM*, **35**(1994), 14.
- (5) 掛下知行，山岸昭雄，遠藤将一：日本金属学会会報，**32**(1993)，591。
- (6) H. Abe, K. Ohshima, T. Suzuki, S. Hoshino and K. Kakurai: *Phys. Rev. B*, **49**(1994), 3739.
- (7) 財大阪科学技術センター形状記憶合金用途開発委員会編“形状記憶合金とその使い方”日刊工業新聞社，(1987)。
- (8) M. S. Wechsler, D. S. Lieberman and T. A. Read: *Trans. AIME*, **197**(1953), 1503.
- (9) J. S. Bowles and J. K. Mackenzie: *Acta Met.*, **2**(1954), 129, 224.
- (10) 大庭卓也，森井浩一，大塚和弘：日本金属学会秋期大会講演概要，(1988)，651。
- (11) Y. Murakami, K. Otsuka, S. Hanada and S. Watanabe: *Mater. Trans. JIM*, **33**(1992), 282.
- (12) A. Kelly and G. W. Groves: *Crystallography and Crystal Defects*, Longman, (1970)。
- (13) E. J. Efsic and C. M. Wayman: *Trans. AIME*, **239**(1967), 873.
- (14) K. Marukawa: *Phil. Mag.*, **A70**(1994), 35.
- (15) M. Yamamoto, T. Fujisawa, T. Saburi, T. Kurumizawa and K. Kusao: *Surface Sci.*, **266**(1992), 282.
- (16) P. Hirsch, A. Howie, R. Nicholson, D. W. Pashley and M. J. Whelan: *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Krieger Publishing, (1965)。
- (17) J. M. Cowley: *Diffraction Physics*, North-Holland Personal Library, (1975)。
- (18) D. Shindo: *Mater. Trans. JIM*, **36**(1995), 473.
- (19) Z. Nishiyama and S. Kajiwarra: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **2**(1963), 478.
- (20) T. Tadaki, M. Tokoro and K. Shimizu: *Mater. Trans. JIM*, **16**(1975), 285.
- (21) T. Ohba, Y. Emura, S. Miyazaki and K. Otsuka: *Mater. Trans. JIM*, **31**(1991), 12.
- (22) T. Ohba, Y. Emura and K. Otsuka: *Mater. Trans. JIM*, **33**(1992), 29.
- (23) 唯木次男，清水謙一：日本金属学会会報，**22**(1983)，622。
- (24) S. Chakravorty and C. M. Wayman: *Met. Trans.*, **7A**(1976)，555。
- (25) K. Adachi, J. Perkins and C. M. Wayman: *Acta Met.*, **34**(1986), 2471.
- (26) T. Saburi and S. Nenno: *Proc. Int. Conf. on Solid→Solid Phase Transformation*, AIME, New York, (1982), 1455.
- (27) Y. Murakami, K. Otsuka, S. Hanada and S. Watanabe: *Mater. Sci. Eng.*, **A189**(1994), 191.
- (28) F. C. Lovey, G. Van Tandeloo and J. Van Landuyt: *Scripta Met.*, **21**(1987), 1627.
- (29) 原 徹：筑波大学理工学研究科修士論文，(1989年度)。
- (30) M. Nishida, K. Yamauchi, I. Itai, H. Ohgi and A. Chiba: *Acta Met.*, **43**(1995), 1229.
- (31) Y. Nakata, T. Tadaki and K. Shimizu: *Mater. Trans. JIM*, **30**(1989), 107.
- (32) 中田芳幸：日本金属学会会報，**32**(1993)，858。
- (33) 小岩昌宏，鈴木哲郎：弾性定数測定法，結晶評価技術ハンドブック，小川智哉，高須新一郎，坂部知平編，朝倉書店，(1993)。
- (34) 星埜禎男：中性子回折，共立出版，(1976)。
- (35) T. Ohba, S. M. Shapiro, S. Aoki and K. Otsuka: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **33**(1994), 1631.
- (36) K. Otsuka and C. M. Wayman: *Reviews on the Deformation Behavior of Materials*, P. Felthman ed., Freund, Israel, (1977)。
- (37) T. Ohba, K. Otsuka and S. Sasaki: *Materials Science Forum*, **56-58**(1990), 317.
- (38) P. C. Clapp, Y. Shao and J. A. Rifkin: *Proc. MRS Fall Meeting, Boston*, (1991), 3.
- (39) T. Suzuki and K. Takahashi: *Mater. Trans. JIM*, **33**(1992), 184.