

光学顕微鏡による形状記憶合金の”その場”観察

熊本大学工学部技術部生産構造技術系

山室 賢輝

はじめに

形状記憶合金でおこる熱弾性マルテンサイト変態に代表される変位型相変態の組織学的研究には、加熱・冷却・応力負荷時の動的観察が不可欠である。その為観察にはそれらの機能を付加した様々なステージを取付または改造された光学顕微鏡が用いられる。しかしながら、市販の加熱・冷却装置を汎用の光学顕微鏡に取り付ける場合は、微分干渉光学顕微鏡などに対応出来ない。そこで今回は Ti-Ni 合金等のマルテンサイト変態に伴う表面起伏変化を”その場”観察するために、汎用の光学顕微鏡に容易に着脱できる簡便かつ安価な加熱・冷却ステージの製作、観察を試みた。

キーワード：形状記憶合金 マルテンサイト変態および逆変態 ”その場”観察 微分干渉光学顕微鏡

1. 実験方法

実験Ⅰとして、加熱による逆マルテンサイト変態の観察を行った。1000℃/1h 溶体化熱処理後焼入れした Ti-49at%Ni-1at%Fe 合金を電解研磨した後、液体窒素に浸しサブゼロ処理を行った。その試料を試作した加熱ステージ上で常温より加熱、変態点($A_s=38^\circ\text{C}$ 、 $A_f=65^\circ\text{C}$)付近での表面起伏の変化を微分干渉光学顕微鏡で観察した。

次に実験Ⅱとして、応力誘起マルテンサイト変態→加熱によるマルテンサイト逆変態の観察を行った。実験Ⅰと同様、1000℃/1h 溶体化熱処理後焼入れした Ti-49at%Ni-1at%Fe 合金を電解研磨した後、図2のバイスにより歪み量0~3%応力負荷、除荷後加熱し表面起伏の変化を観察した。

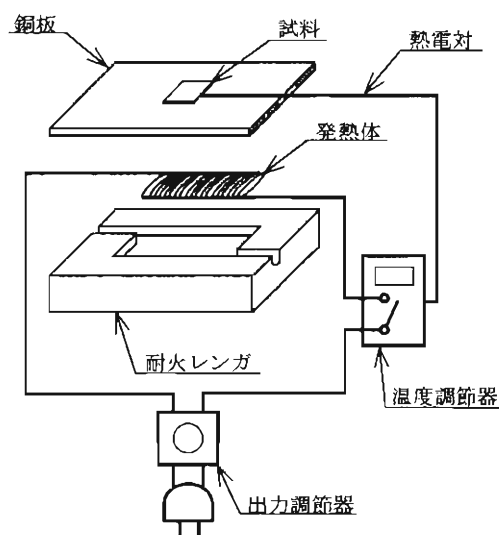


図.1 加熱ステージ

2. 装置解説

試作した加熱ステージの概略を図1に示す。発熱体は AC100V で消費電力 20W 程度のニクロム線を使用(100%出力時:約 260℃)した。温度調節器はオンオフパルス型を選択した。その理由として 20W 程度の出力の場合、サイリスタなしで温調器内蔵のリーレーにより直接制御可能であること、出力が温調器回路から完全に絶縁されて使用が容易であることなどが挙げられる。

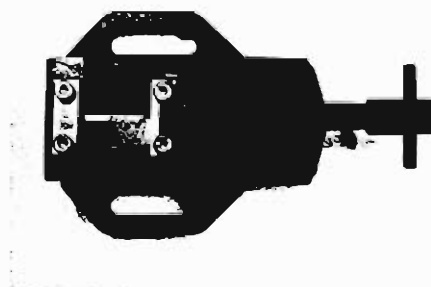


図.2 バイスにより応力負荷

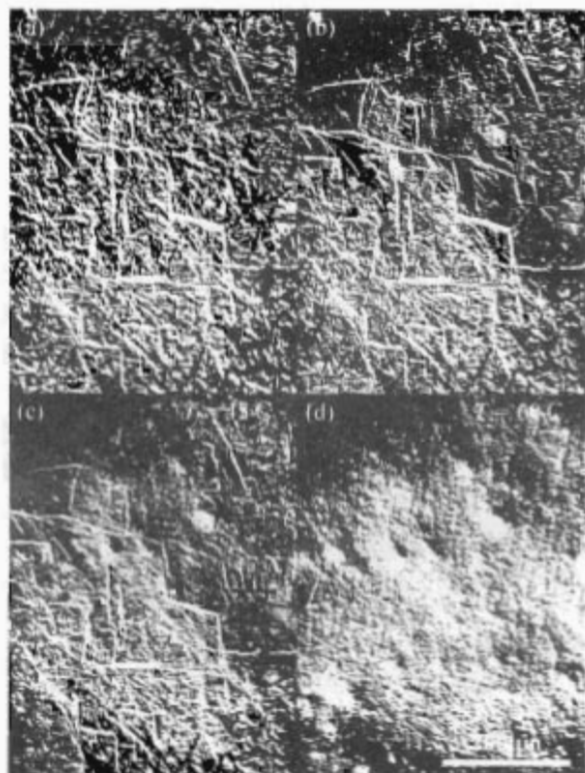


図 3. Ti-49at%Ni-1at%Fe 合金における加熱”その場”観察による微分干渉光学顕微鏡写真 (a) 電解研磨後、液体窒素にサブゼロ処理、 $T=30^{\circ}\text{C}$ (b) $T=43^{\circ}\text{C}$ (c) $T=45^{\circ}\text{C}$ (d) $T=60^{\circ}\text{C}$

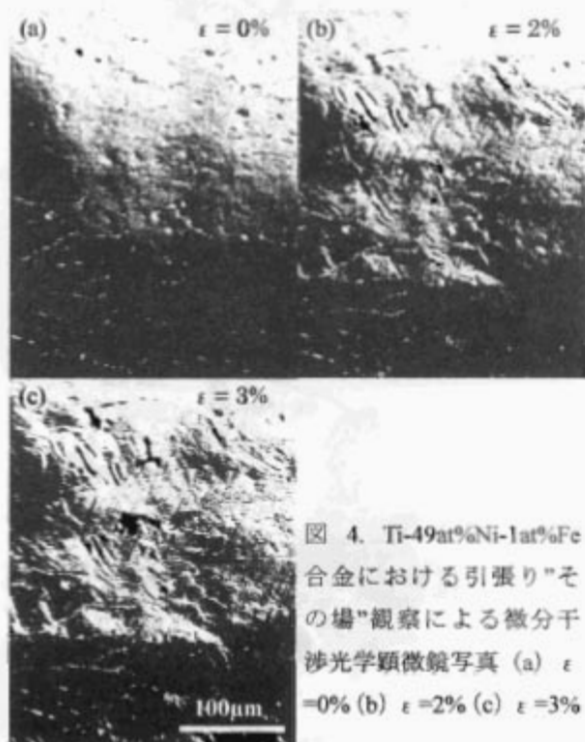


図 4. Ti-49at%Ni-1at%Fe 合金における引張り”その場”観察による微分干渉光学顕微鏡写真 (a) $\epsilon=0\%$ (b) $\epsilon=2\%$ (c) $\epsilon=3\%$

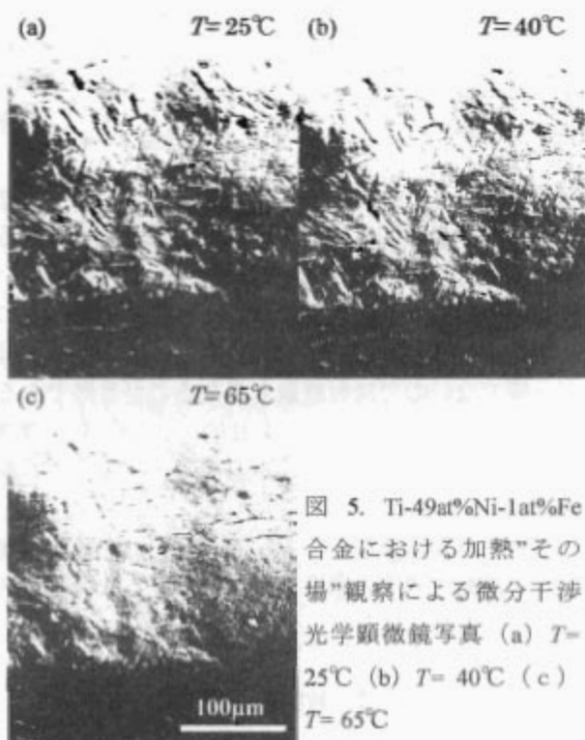


図 5. Ti-49at%Ni-1at%Fe 合金における加熱”その場”観察による微分干渉光学顕微鏡写真 (a) $T=25^{\circ}\text{C}$ (b) $T=40^{\circ}\text{C}$ (c) $T=65^{\circ}\text{C}$

3. 実験結果

実験 I の観察結果を図 3 に示す。(a)→(b)→(c)→(d)へと加熱に伴い、マルテンサイト逆変態による表面起伏の消滅が観察された。更に、示差走査熱量計(DSC)の測定結果と照らし合わせてみると、顕微鏡観察では $A_s=40^{\circ}\text{C}$ 、 $A_f=60^{\circ}\text{C}$ 、DSC 測定の結果では $A_s=38^{\circ}\text{C}$ 、 $A_f=65^{\circ}\text{C}$ とその温度差は 5°C 程度に抑えられたことが分かった。

次に実験 II の結果を示す。図 4 より、歪み量 2% で応力誘起によるマルテンサイト相の出現が観察できた。さらに図 5 より同一試料を加熱することによって、完全ではないものの、表面のマルテンサイト相の消失が観察された。

4. おわりに

本研究は平成 15 年度科学研究費補助金 (奨励研究) の研究助成により行われたことを報告し、謝意を表します。

参考文献

西田稔：形状記憶合金の基礎 第 5 回 RIST 材料科学懇話会 (2002)