

고온자전 합성법에 의해 제조된 TiNiFe 합금에서 Incommensurate 상의 형성

조재섭·김도향*·김용석**

연세대학교 금속공학과, *홍익대학교 금속재료공학과, **항공재료연구소

Formation of Incommensurate Phase in TiNiFe Processed by Self-propagating High Temperature Synthesis Method

Jae Seob Cho, Do Hyang Kim* and Yong-Seog Kim**

Dept. of Metallurgical Engineering, Yonsei University,

*Dept. of Metallurgy and Material Science, Hongik University,

**Jointly Appointed at the Center for Advanced Aerospace Materials

(Received June 4, 1996)

ABSTRACT

Structure of premartensite in $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ and $Ti_{50}Ni_{50}$ prepared by self-propagating high temperature synthesis (SHS) method has been investigated by a detailed transmission electron microscopy. $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ consists of microdomain area and needle type domain area. On the other hand, $Ti_{50}Ni_{50}$ consists of microdomain-free and microdomain area, and needle type domain area. Various types of extra superreflections, such as $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ and $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ type superreflection have been observed in the selected area electron diffractions from microdomain area. Such extra superreflections are due to transformation from B2 structure to distorted B2 structure or premartensite. The present study shows that incommensurate phase forms as an intermediate phase during martensitic transformation. Particularly, in Fe-free $Ti_{50}Ni_{50}$, two types of matrix phases have been observed, microdomain and microdomain-free area. Types of extra superreflections in $Ti_{50}Ni_{50}$ are different from those in $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$, i.e. $1/7\langle 3\ 2\ 1 \rangle$ type superreflections have been observed, instead of $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$, $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$, $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ types in $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$.

Key words : Self-propagating high temperature synthesis, TiNiFe shape memory alloy, Incommensurate phase, R phase

서 론

TiNi 합금은 형상기억효과를 가지고 있으며 우수한

기계적 성질과 내식성을 가지고 있는 합금으로 알려져 있다(Buehler 등, 1963; Chandra 등, 1968). 형상기억효과는 martensite 변태로부터 기인하는데 NiTi합금에서는 martensite 변태가 일어나기 전에 premarten-

site 즉, 중간상이 존재하여 (Dautovich 등, 1963; Hung, 1979), 온도가 내려감에 따라 고온상 (B2 구조) → 중간상 → 저온상 (martensite, B19 구조)으로 변태하게 된다 (Hwang 등, 1983). B2 구조의 고온상으로부터 중간상으로 변태가 일어남에 따라 B2 구조의 기지내에 미세한 microdomain과 침상의 domain 형태의 미세구조가 형성되며, 이러한 중간상은 제한시야 회절도형상에서 B2 구조 회절도형의 각 회절점 사이 특정한 위치에 여분의 회절점 (extra superreflection)을 형성한다 (Chandra 등, 1965; Moine 등, 1982; Hwang 등, 1983; Goo 등, 1985; Miyazaki 등, 1985). 이와 같은 중간상은 여분의 회절점이 B2 구조 각 회절점 사이의 특정한 commensurate 위치에 나타나 일정한 결정구조를 가지는 commensurate 중간상과 incommensurate 위치에 있는 incommensurate 중간상으로 나뉘어지는데 commensurate 중간상 중의 하나로서 rhombohedral 구조를 갖는 R phase가 Hwang 등 (1983) 및 Hung 등 (1981)에 의해 보고 되었다. 중간상의 변태 거동에 영향을 미치는 인자로서 조성, 열처리 조건, 제 3 원소의 첨가, 열적 사이클링 등을 들 수 있다 (Miyazaki 등, 1985; Edmonds 등, 1986).

본 연구에서는 고온자전 합성법 (self-propagating high temperature synthesis method)에 의하여 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 및 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 중간상의 변태거동을 투과전자 현미경과 제한시야 회절도형을 이용하여 고찰하였다.

재료 및 방법

Ti, Ni, Fe 분말을 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 및 $Ti_{50}Ni_{50}$ 의 조성 비로 혼합하였다. 용기내에서 혼합된 분말을 degassing 한 후 compaction하여 pellet형태로 만든 후 반응기에 넣고 고온자전 합성법에 의해 합금을 만든 후 수냉하였다. 얻어진 합금을 disc 형태로 절단하여 약 40 μm 두께까지 기계적 연마 후 최종적으로 ion milling하여 투과전자 현미경 관찰을 위한 시편을 제작하였으며, Philips CM30 투과전자현미경 (transmission electron microscopy)을 이용하여 가속 전압 200 kV 하에서 미세구조 분석을 행하였다.

결 과

Fig. 1(a), (b)는 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 및 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 투과전자 현미경으로 관찰된 명시야상을 보여주고 있다. 그림 1(a)에서 보듯이 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금은 수 십 nm 크기의 미세한 microdomain 기지 영역과 침상의 domain 영역으로 구성되어 있다. 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서는 그림 1(b)에서 보듯이 Fe가 포함된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금과는 달리 microdomain이 형성된 영역과 형성되지 않은 영역 그리고 침상의 domain 영역이 함께 공존하고 있다.

그림 2(a), (d), (g)는 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금의 microdomain 영역으로부터 얻어진 제한시야 회절도형을 나타내고 있다. 그림 2(a)의 제한시야 회절도형을 살펴보면 강한 회절강도의 회절점 사이에 강도가 약한 여분의 회절점이 규칙적으로 나타나는 것을 볼 수 있다. 그림 2(b)는 그림 2(a)의 회절도형을 도식적으로 보여주고 있다. 그림 2(a), (b)에 주어진 회절도형을 도식적 회절도형을 이용하여 분석하였으며, 이를 그림 3에 나타내었다. 그림 3(a)에 B2 구조 [0 0 1] zone의 회절도형을 나타내었는데 그림 2(a), (b)에서 강한 회절강도의 회절점 분포와 일치함을 볼 수 있다. 즉, B2 구조 [0 0 1] zone의 회절점을 기본으로 하여 각 회절점 사이에 여분의 회절점이 형성되었음을 알 수

Table 1. Extra superreflection observed in NiTi and NiTiFe alloys.

Zone axis	NiTiFe	NiTi	NiTi(Michal <i>et al.</i> (1982))
[0 0 1]	$1/2\langle 1 0 0 \rangle$		$1/2\langle 1 0 0 \rangle$
	$1/2\langle 1 1 0 \rangle$		$1/2\langle 1 1 0 \rangle$
	$1/4\langle 2 1 0 \rangle$		$1/3\langle 1 1 0 \rangle$ $1/4\langle 2 1 0 \rangle$
[1 1 0]	$1/2\langle 1 0 0 \rangle$		$1/2\langle 1 0 0 \rangle$
	$1/2\langle 1 1 0 \rangle$		$1/2\langle 1 1 0 \rangle$
	$1/2\langle 1 1 1 \rangle$		$1/2\langle 1 1 1 \rangle$ $1/3\langle 1 1 0 \rangle$ $1/3\langle 1 1 2 \rangle$
[1 1 1]	$1/2\langle 1 1 0 \rangle$		$1/2\langle 1 1 0 \rangle$
	$1/7\langle 3 2 1 \rangle$		$1/3\langle 1 1 0 \rangle$ $1/3\langle 2 1 1 \rangle$
[0 1 2]		$1/7\langle 2 2 1 \rangle$	

있으며 그림 3(b) 및 (c)에 이의 분석을 행하였다. 그림 3(b)는 B2 구조의 $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 형태 여분의 회절점과 B2 구조의 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 형태 여분의 회절점을 표시하였으며, 그림 3(c)에는 B2 구조의 $\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/4위치에 나타나는 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 형태 여분의 회절점을 나타내었다. 그림 3(b) 및 (c)에 주어진 여분의 회절점을 모두 중첩하면 그림 3(d)와 같은 회절도형이 얻어지게 되며 그림 2(a) 및 (b)에 보인 회절도형에 근접하게 부합함을 알 수 있다. 그러나 그림 2(a)의 회절도형은 그림 3의 도식적인 회절도형에서 보인 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 의 위치에 여분의 회절점이 나타나지 않았으며 이로부터 약간 벗어난 위치에 나타났음을 관찰할 수 있다. 그림 4(a) 및 (b)에 정확하게 $\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 회절점의 1/4위치에 주어지는 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 형태 여분의 회절점과 그림 2(a)에서 실제 관찰된 여분의 회절점 위치를 도식적으로 비교하였다. 그림 3(a), (b) 및 그림 4(b)에 주어진 회절점을 중첩하면 그림 2(b)의 도식적인 제한시야 회절도형이 얻어지게 된다. 본 연구에서는 그림 2(a)에서 관찰된 여분의 회절점 중의 일부가 실제 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 위치에서 벗어남에도 불구하고 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 이라고 편의상 칭하였다. 그림 2(e)는 그림 2(d)의 회절도형을 도식적으로 나타내었다. 그림 2(d)의 회절도형을 살펴보면 B2 구조 $[1\ 1\ 0]$ zone의 회절점을 기본으로 하여 각 회절점 사이에 여분의 회절점이 형성되었음을 알 수 있다. 여분의 회절점은 B2구조의 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ 형태, B2 구조의 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 형태, B2 구조의 $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ 형태로 형성되었다. 그림 2(h)는 그림 2(g)의 회절도형을 도식적으로 나타내었다. 그림 2(g)의 회절도형을 살펴보면 B2 구조 $[1\ 1\ 1]$ zone의 회절점을 기본으로 하여 각 회절점 사이에 여분의 회절점이 나타났음을 알 수 있다. 여분의 회절점은 B2 구조 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 나타나는 $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 형태로 형성되었다. 그림 2(c), (f), (i)는 각각 Michal (1982) 등에 의해 주조로 제조되어 중간상으로 변태한 TiNi 합금에서 관찰된 B2 구조 $[0\ 0\ 1]$, $[1\ 1\ 0]$, $[1\ 1\ 1]$ zone의 제한시야 회절도형을 도식적으로 나타낸 것이다.

그림 5(a)는 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금에서 그림 1(a)에서 보인 바와 같은 침상의 domain 영역에서 얻어진 제한시야 회절도형을 보여주고 있다. 이를 도식적으로 나타낸 것이 그림 5(b)이다. 그림 5(b)의 회절도형을 살펴보면 B2 구조 $[0\ 0\ 1]$ zone의 회절점을 기본으로 하여 각 회절점 사이에 여분의 회절점이 형성되었음을 알 수 있다. 여분의 회절점은 B2 구조의 $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 회절점 1/2위치에 $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ 형태로 형성되었다.

그림 6(a) 및 (c)에 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 얻어진 제한시야 회절도형을 나타내고 있다. 그림 6(a)는 그림 1(b)에 보인 바와 같은 microdomain이 없는 기지영역으로부터 얻어진 제한시야 회절도형이고 그림 6(c)는 microdomain이 있는 기지영역으로부터 얻어진 제한시야 회절도형을 보여 주고 있다. 그림 6(b)는 그림 6(a)의 회절도형을 도식적으로 나타내었다. 그림 6(a) 및 (b)에서 보듯이 microdomain이 없는 영역으로부터 얻어진 제한시야 회절도형에서는 B2 구조 $[1\ 1\ 1]$ zone의 회절점이 나타나고 여분의 회절점은 나타나지 않았다. 그림 6(d)는 그림 6(c)의 회절도형을 도식적으로 나타내었는데, 그림 6(c) 및 (d)에서 보듯이 microdomain의 영역으로부터 얻어진 회절도형은 B2구조의 $[1\ 1\ 1]$ zone의 회절점에 $1/7\langle 3\ 2\ 1 \rangle$ 형태의 여분의 회절점이 나타났다. Table 1은 본 연구에서 관찰된 각 zone에서의 여분의 회절점과 Michal (1983) 등에 의해 일반적인 주조법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 관찰된 여분의 회절점을 보여주고 있다.

고 찰

1. Incommensurate 상의 형성

NiTi 합금은 B2 고온상에서 martensite로 변태하기 전에 중간상을 형성한다 (Dautovich 등, 1965). 중간상이 형성됨에 따라 제한시야 회절도형상에서 B2 구조 회절점 사이의 특정한 위치에 규칙적으로 여분의 회절점이 나타난다고 보고 되었다 (Chandra 등, 1968; Moine 등, 1982; Goo 등, 1985; Miyazaki 등, 1985). 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금 및 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 나타나는 microdomain 영역과 침상 형태의 domain 영역으로부터 얻어진 제한시야 회절도형

상에서는 B2 구조의 회절점 사이에 여분의 회절점이 나타나며, 이로부터 microdomain 및 침상의 domain 영역은 martensite 변태가 일어나기 전에 형성되는 중간상을 알 수 있다. 그림 2, 그림 3 및 표 1에서 보듯이 이러한 여분의 회절점은 B2 구조 회절점 사이의 여러 위치 즉, $1/2\langle 1\ 0\ 0\rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0\rangle$ 등의 위치에 나타나고 있으며 이 중 특히, $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ 여분의 회절점은 정확한 $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ 여분의 회절점 위치에서 약간 벗어나 있음을 알 수 있다. 이로부터 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금 및 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서 관찰되는 microdomain과 침상의 domain이 incommensurate 특성을 갖는 중간상을 알 수 있다. $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금의 incommensurate 중간상은 온도가 내려감에 따라 B2 구조 회절점의 정확한 $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ 의 위치에서 약간 벗어난 여분의 회절점이 B2 구조 회절점 사이에 정확한 $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ 위치로 이동하여 commensurate 중간상으로 변태한다(Michal *et al.*, 1982). 또한, commensurate 특성을 갖는 중간상 중에 특히 $1/3\langle 1\ 1\ 0\rangle$ 형태의 여분의 회절점이 나타나는 Rhombohedral 구조(space group : $P\bar{3}1m$)의 상인 R phase로 알려져 있다(Goo 등, 1985; Hwang 등, 1983). 본 연구에서는 그림 2(c), (f), (i)와 표 1에서 보듯이 각 zone에서 $1/3\langle 1\ 1\ 0\rangle$ 여분의 회절점이 관찰되지 않았는데 이는 commensurate R phase가 존재하지 않는다는 것을 나타낸다. 전자회절도형상에서 이러한 여분의 회절점이 나타나는 현상을 설명하기 위하여 LDW (lattice displacement wave) 모델이 제시되었다(Chandra 등, 1968; Sandrock 등, 1971; Moine 등, 1982; Goo 등, 1985). 이 모델에 의하면 온도가 내려가 중간상 변태점에 이르게 되면 큰 진폭과 작은 진동수의 LDW에 의해 B2 구조의 고온상 격자가 진동을 하게 되고 원자들이 LDW의 파장과 진폭에 부합되게 이동을 하여 일정한 결정구조를 갖게 되어 중간상을 형성하게 된다. 이 중간상의 형성에 의해 여러 형태의 여분의 회절점이 형성하게 된다. 이때 LDW에 의한 원자의 진동이 lock-in 되면 전자회절도형상에서 $1/2\langle 1\ 0\ 0\rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0\rangle$ 등의 정확한 위치에 여분의 회절점이 위치하게 되는 commensurate 상을 형성하게 된다. 그림 1에서 보듯이 microdomain은 수십 nm 크기의 particle 형태로 이루어져 있다(Moine, 1982). 각 microdo-

main particle에서 먼간 거리는 여분의 회절점에 해당하는 먼간 거리가 된다. 예를 들면, $1/2\langle 1\ 0\ 0\rangle$ 형태의 여분의 회절점에 해당하는 microdomain particle의 먼간거리는 B2 구조의 고온상의 $[1\ 0\ 0]$ 먼간 거리의 2배인 0.602 nm이 된다. 본 연구에서는 microdomain 영역에서 얻어진 전자회절도형상에 동시에 여러 종류의 여분의 회절점이 관찰이 되었는데, 한 전자회절도형상에서 여러 종류의 여분의 회절점이 동시에 나타난다는 사실은 각 여분의 회절점에 해당하는 microdomain들이 동시에 존재한다는 것을 의미한다. 이것은 실제로 Moine 등(1982)에 의해 고분해능 전자현미경상(HRTEM)을 이용하여 관찰 확인되었다. 한편, 그림 2(a)와 그림 5(a)를 비교하여 보면 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금의 microdomain 영역과 침상의 domain 영역의 같은 $[0\ 0\ 1]$ zone 제한시야 회절도형에서 다른 형태의 여분의 회절점이 나타난다. 즉, microdomain 영역에서 얻어진 회절도형에서는 $1/2\langle 1\ 0\ 0\rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0\rangle$, $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ 의 여분의 회절점이 나타나지만 침상의 domain 영역에서 얻어진 회절도형에서는 약한 회절강도의 $1/2\langle 1\ 1\ 0\rangle$ 여분의 회절점이 나타나며 그 여분의 회절점 주위에 streaking이 약간 나타난다. 이는 microdomain과 침상의 domain이 전자회절도형의 같은 zone에서 다른 형태의 여분의 회절점 variant가 나타난다는 것을 의미한다. 이로 보아 침상의 domain은 기지내의 microdomain 영역과는 달리 하나의 여분의 회절점에 의해 형성되는 단일 격자구조로 이루어진 중간상으로 추정된다.

2. Fe첨가 효과

Fe첨가 효과를 고려해 보면 그림 1(a)에서 알 수 있듯이 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금 경우에는 거의 microdomain 중간상으로 변태가 이루어졌으나 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금 경우에는 microdomain이 존재하는 영역과 microdomain이 존재하지 않는 영역이 공존하였다. 따라서 고온자전 합성법에 의해 제조된 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금은 microdomain 중간상으로의 변태가 완전히 이루어지지 않은 것으로 사료되며 따라서, TiNi 합금에 Fe를 첨가함에 따라 microdomain 중간상의 변태가 촉진되는 것을 알 수 있다.

이는 그림 6을 통해서도 확인할 수 있다. 즉 $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금의 microdomain이 없는 영역으로부터 얻어진 제한

시아 회절도형에서는 B2 구조의 회절점만 나타나나 microdomain 영역으로부터 얻어진 제한시아 회절도형에서는 B2 구조 회절점사이에 $1/7\langle 3\ 2\ 1 \rangle$ 형태의 여분의 회절점이 관찰되었다. 이는 앞의 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금에서 관찰된 $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$, $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 과는 다른 형태의 여분의 회절점이며 연속적으로 변태되는 중간상 중의 한 형태로 사료된다.

결 론

본 연구에서의 결과를 요약하면 다음과 같다.

1. 고온자전 합성법에 의해 제조되어 수냉한 TiNiFe 합금은 상온에서 기지내에 중간상으로 microdomain 영역과 침상형태의 domain 영역으로 이루어져 있다.
2. 중간상은 제한시아 회절도형상에서 B2 구조 회절점사이에 $Ti_{50}Ni_{49}Fe_1$ 합금에서는 $1/2\langle 1\ 0\ 0 \rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0 \rangle$, $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 형태, $Ti_{50}Ni_{50}$ 합금에서는 $1/7\langle 3\ 2\ 1 \rangle$ 형태의 여분의 회절점을 형성한다. 특히, $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 형태 여분의 회절점의 경우 B2 구조 회절점사이에 정확한 $1/4\langle 2\ 1\ 0 \rangle$ 위치에 여분의 회절점을 형성하지 않는 incommensurate 상이다.
4. Fe는 기지내의 microdomain 중간상 형성에 효과적이다.

참 고 문 헌

Chandra K, Purdy GR, 1968. J. of Appl. Phys. 39, 2176-2181
 Michal GM, Moine P, Sinclair R, 1982. Acta. Met. 30, 125-138

Goo E, Sinclair R, 1985. Acta. Met. 33, 1717-1723
 Li TC, Qui YB, Liu JT, Wang FT, Zhu M, Yang DZ, 1992. J. of Mat. Sci. Lett. 11, 845-847
 Dautovichi DP, Parr GR, 1965. Can. Met. Quart. 4, 129
 Hwang CM, Meichle MM, Salamon B, Wayman CM, 1983. Phil. Mag. A 47, 9-30
 Hwang CM, Meichle M, Salamon MB, Wayman CM, 1983. Phil. Mag. A 47, 31-62
 Miyazaki S, Otsuka K, 1986. Met. Trans. A 17A, 53-63
 Bühler W, Zolliker M, Gotthardt R, 1992. Scrip. Met. et Mat. 26, 1149-1151
 Miyazaki S, Wayman CM, 1988. Acta. Met. 36, 181-192
 Xingzhong Zhao, Xingfang Wu, Tsun Ko, 1989. Acta. Met. 37, 1783-1790
 Zhu YL, Li TC, Liu JT, Han XD, Yang DZ, 1994. Scrip. Met. et Mat. 30, 775-780
 Bühler WJ, Gilfrich JV, Wiely RC, 1963. J. of Appl. Phys. 34, 1475-1477
 Yi HC, Moore JJ, 1988. Scrip. Met. 22, 1889-1892
 Edmonds KR, Hwang CM, 1986. Scrip. Met. 20, 733-737
 Hung CL, Kaplow R, 1980. Met. Trans. A 11A, 77-83
 Yi HC, Moore JJ, 1989. J. of Mat. Sci. 24, 3449-3455
 Yi HC, Moore JJ, 1989. J. of Mat. Sci. 24, 3456-3462
 Yi HC, Moore JJ, 1992. J. of Mat. Sci. 27, 5067-5072
 Zhu MT, Li C, Liu JT, Yang DZ, 1991. Acta Met. 39, 1481-1487

FIGURE LEGENDS

- Fig. 1.** Bright field TEM image showing microdomain and needle domain structure in : (a) $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{49}\text{Fe}_1$; and (b) $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ prepared by self-propagating high temperature synthesis method.
- Fig. 2.** (a), (d), (g) Selected area electron diffraction patterns obtained from $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{49}\text{Fe}_1$ prepared by self-propagating high temperature synthesis method : (b), (e), (h) schematic diffraction patterns corresponding to (a), (d) and (g) respectively : (c), (f) and (i) previously reported schematic diffraction patterns corresponding to (a), (d) and (g) respectively.
- Fig. 3.** Schematic diffraction patterns showing : (a) B2 $[0\ 0\ 1]$ zone diffractin spots : (b) $1/2\langle 1\ 0\ 0\rangle$, $1/2\langle 1\ 1\ 0\rangle$ type extra superreflection spots; (c) $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ type extra superreflection; (d) superimposed reflection spots in (a), (b) and (c).
- Fig. 4.** Schematic diffraction patterns obtained from $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{49}\text{Fe}_1$: (a) $[0\ 0\ 1]$ zone diffraction pattern showing incommensurate extra superreflections. Extra superreflection spots deviated from the exact $1/4\langle 2\ 1\ 0\rangle$ type extra superreflection positions : and (b) $[0\ 0\ 1]$ zone diffraction pattern showing commensurate extra superreflections.
- Fig. 5.** (a) Selected area electron diffraction pattern obtained from $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{49}\text{Fe}_1$ prepared by self-propagating high temperature synthesis method : (b) schematic diffraction pattern corresponding to (a)
- Fig. 6.** (a), (c) Selected area electron diffraction patterns obtained from microdomain and microdomain-free area in $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ prepared by self-propagating high temperature synthesis method respectively : (b), (d) schematic diffraction patterns corresponding to (a) and (c).







