

(様式第5号)

## X線吸収分光法によるCu-Al-Mn超弾性合金の局所構造解析 Local structure analysis of the Cu-Al-Mn super-elastic alloy by X-ray absorption spectroscopy

二宮翔<sup>1</sup>・赤嶺大志<sup>2</sup>・梁哲源<sup>1</sup>・佐藤和樹<sup>1</sup>・新居涼太郎<sup>2</sup>  
Kakeru Ninomiya<sup>1</sup>・Hiroshi Akamine<sup>2</sup>・Zheyuan Liang<sup>1</sup>・  
Kazuki Sato<sup>1</sup>・Ryotaro Arai<sup>2</sup>

<sup>1</sup>東北大学・<sup>2</sup>九州大学  
<sup>1</sup>Tohoku University・<sup>2</sup>Kyushu University

- ※1 先端創生利用(長期タイプ)課題は、実施課題名の末尾に期を表す(I)、(II)、(III)を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開(論文(査読付)の発表又は研究センターの研究成果公報で公表)が必要です(トライアル利用を除く)。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください(各実験参加機関より1人以上)。

### 1. 概要 (注：結論を含めて下さい)

本研究では、規則化熱処理を施したCu-Al-Mn合金に対し、X線吸収分光法により各元素の局所構造および電子状態変化を追跡した。その結果、150°Cの熱処理によりCuの形式価数が増加するとともに、共有結合性あるいはイオン結合性が増加することがわかった。

#### (English)

We investigate the local structure and electronic state changes with heat treatment for Cu-Al-Mn alloys by X-ray absorption spectroscopy. As a result, it was found that the heat treatment at 150°C increased the formal valence of Cu as well as its covalent or ionic bonding properties.

### 2. 背景と目的

Cu-Al-Mn系超弾性合金(CAM SMA)単結晶は、熱サイクルによる巨大単結晶作製法[1]が開発されたことにより、制震用構造部材など新規応用が期待されている。これまでに喜瀬らは、特定範囲の結晶方位に沿って引張り応力を負荷した際、逐次的な相変態が生じ、15%以上の塑性ひずみの回復が可能な優れた超弾性特性や90%以上の塑性ひずみを与えても破断しない高延性を発現することを報告している[2]。しかしながら、このような優れた機械的特性がどのような結晶構造変化に起因するかは明らかになっておらず、本合金の応力誘起逐次相変態における結晶構造変化の解明が不可欠である。

これまでの研究から、原子配列の規則度が変形特性に大きな影響を与えることを示唆する結果が得られている。従来のCAM SMAにおいて応力誘起逐次相変態に関する研究は、X線回折や高分解能電子顕微鏡による塑性変形下でのその場構造・組織観察に限られており、規則度や相変態挙動を支配する原子間相互作用・化学結合力の議論には至っていない。本研究では、規則化熱処理を施したCAM SMAに対し、X線吸収分光法により各元素の局所構造および電子状態変化を追跡した。

### 3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

Cu-16.5Al-10.6Mn (at%) 合金を900°Cから水焼入れ (WQ) した後、100–175°Cで最大120 min熱処理を施した。その後鏡面研磨し、表面酸化層と研磨・切削による加工歪を除去した。XAFS測定は転換電子収量法によりCu K-edgeおよびMn K-edge XAFSスペクトルを取得した。

### 4. 実験結果と考察

塑性変形 (Fig. 2 赤丸部分) が残るまで延伸した単結晶引張試験片に対して、Mn K-edge XAFS スペクトルを測定した (Fig. 2)。変形が残存していない領域 (Fig. 3 青丸部分) と比較して、スペクトル形状が大きく変化することがわかった。このことは、変形にともなう結晶構造変化を XAFS スペクトル測定によって追跡できることを示している。

水焼入れした Cu-16.5Al-10.6Mn (at%) 合金を種々の条件で熱処理した結果、熱処理温度と時間に依存して吸収端位置がシフトすることがわかった (Fig. 2)。このことは、焼入れ直後よりも Cu の形式価数が増加していることを意味している。また、150°C, 120 min 熱処理後で、ホワイトラインピーク強度が特異的に上昇した。一般に、先鋭で高強度なホワイトラインピークは共有結合性あるいはイオン結合性が増加したことを示唆している。

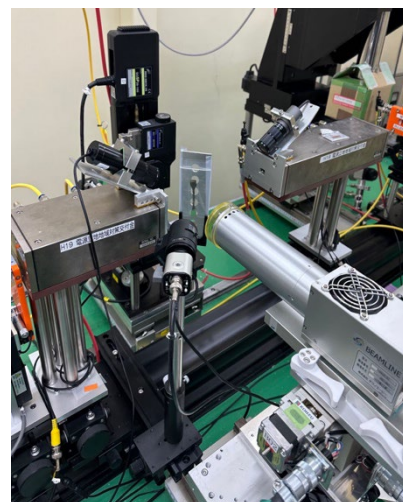


Fig. 1 部分蛍光収量法による応力誘導したサンプルと装置

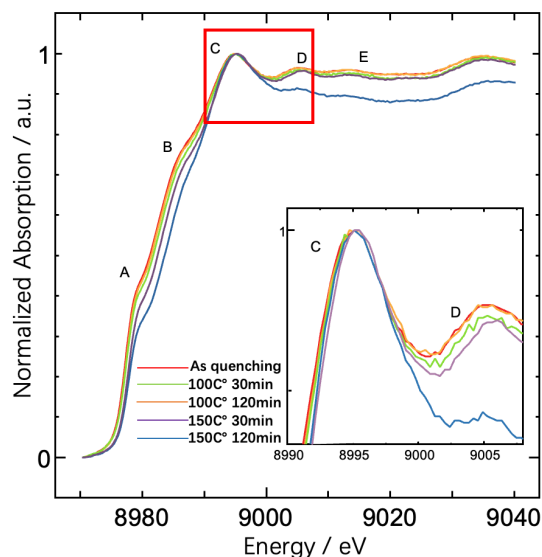


Fig. 2 時効処理と熱処理異なる CAM SMA の Cu K-edge XANES スペクトル

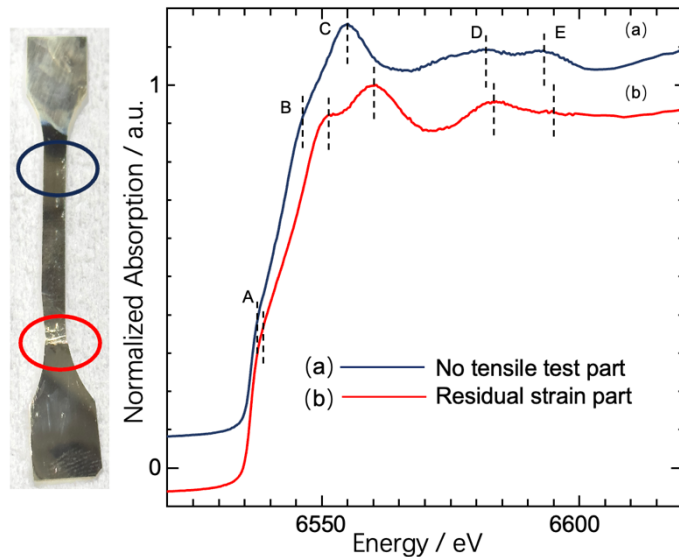


Fig. 3 部分蛍光収量法による残留応力と母相の Mn K-edge XANES スペクトル

### 5. 今後の課題

第一原理計算によるスペクトルシミュレーションと併せて解析し、熱処理および変形にともなう構造変化を詳細に検討する。

### 6. 参考文献

- [1] T. Kusama, et al., *Nat. Commun.*, 8 (2017) 354.
- [2] S. Kise, Y. Araki, T. Omori, R. Kainuma, *J. Mater. Civ. Eng.*, 33 (2021) 04021027.

### 7. 論文発表・特許 (注: 本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

本テーマと関連する放射光実験は今回が初である。本課題の結果を基に学会発表および論文投稿を行う予定である。

### 8. キーワード (注: 試料及び実験方法を特定する用語を2~3)

**9. 研究成果公開について**（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末（2021年3月31日）となります。）

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

- |                |                |
|----------------|----------------|
| ① 論文（査読付）発表の報告 | （報告時期：2025年1月） |
| ② 研究成果公報の原稿提出  | （提出時期： 年 月）    |