

# レーザーによる金属表面上への植物模倣棘状構造形成と ハイサイクル異種材料接合への適用

大阪大学大学院 工学研究科

講師 安田 清和

(2019年度 一般研究開発助成 AF-2019227-B3)

キーワード：異種材料接合，易解体性接合，生体模倣

## 1. 緒言

樹脂材料と金属材料のハイブリッド構造により、車両の重量を効果的に削減し、二酸化炭素排出量低減を満たすことができる<sup>1)</sup>。高比強度、高破壊靱性、優れた耐溶剤性、およびリサイクル性を備えた炭素繊維強化プラスチック(CFRP)は、信頼性の高い構造強度を備えた車両の軽量化を実現する最も可能性のあるコンポジット材料の一つである<sup>2)</sup>。しかし、CFRPと金属材料の間には極端な物性の相違があるため、接合技術研究者にとって大きな課題となっている。一方、深刻なエネルギーの浪費や環境汚染の原因となる懸念のあるマルチマテリアルを多用する使用済先進車両のリサイクル、回収、再利用の効率が低いことを考慮すると、製造プロセスの環境規制や法的規制を踏まえ、製品を分解しやすい設計にすることが求められている<sup>3)</sup>。分解しやすく、良好な機械的特性が得られるようにCFRPと金属の接合部を設計することは、製造の初期段階で考慮する必要がある。

従来の接合方法は異種材料を半永久接合することで接合部の高い機械的強度を追求しているが、製品が寿命に達した際のリサイクルや分解工程が無視されている。従来の接合方法とCFRPの特徴のこの欠点を考慮して、金属表面に付加的に形成された突起構造を介した金属と樹脂の革新的な接合技術が提案されている<sup>4-7)</sup>。

人工突起は形成方法に応じて、コンデンサ放電スタッド溶接(CDSW<sup>8)</sup>)、コールドメタルトランスファー(CMT)<sup>9,10)</sup>、積層造形(AM)<sup>11)</sup>、レーザー処理<sup>12,13)</sup>がある。形成後、突起は金属表面に組み込まれて分布し、その後樹脂材料に挿入される。また、突起の形態や配列パターンを制御することで、樹脂と金属の接合部の分解を実現できる。樹脂と金属を接合するために金属表面に付加製造された突起構造を使用する利点は、繊維に優しい荷重伝達と、接合領域の繊維配向の最適化が可能であることである。さらに、埋め込まれた突起により、樹脂と金属の部材間に強固な機械的締結強度が得られる<sup>11,14)</sup>。

以上のような背景を踏まえ、本研究では金属基材として冷間圧延鋼を選択した。そして、選択的レーザー溶融(SLM)法<sup>15)</sup>を適用して、鋼材表面上にマイクロメートルサイズの単一の突起を作製し、上記の欠点を克服した。先行研究<sup>16-18)</sup>によれば、突起構造の形状は樹脂と金属の

接合部の接合強度に重要な役割を果たしている。最も重要なことは、金属表面の突起形態とサイズを制御することで、リサイクルの観点から樹脂と金属を容易に分離できることである<sup>3,19)</sup>。したがって、ポリマーと金属間の接合プロセスと分解プロセスの両方に有効な微細突起の形成メカニズムを調査し、形態を制御することが重要である。

接合強度の向上や解体性の向上を図るため、積層造形技術により金属表面に微細な突起構造を形成する方法は、設計の自由度が高く、機能の付加にも貢献しやすい。本研究報告では、まず初めに植物の棘の生物学的構造にヒントを得た棘状(しじょう)突起モデルを提案し、各種形状パラメータと応力分布や最大主応力との関係を有限要素法を用いた構造計算により調査し、分解が容易な高強度異材接合の設計可能性を提示する。次にこれを実際に形成する端緒として、選択的レーザー溶融法による付加製造技術により、金属板表面に単純な微細突起構造を形成するための加工システムを構築し、球状突起形成加工プロセスの適正条件を探索した。さらに、垂直加振による超音波接合システムを構築し、今後突起構造の有用性比較のレファレンスとして必要となる炭素繊維強化樹脂(CFRP)と突起構造のない鉄鋼材料との異種材料接合の接合原理の明確化ならびに高能率で環境負荷の低い新規接合プロセス条件を調査した。

## 2. 解析・実験方法

### 2.1 棘状突起モデル

弾性有限要素解析(FEA)を用いて棘状構造に発生する内部応力を計算し、接合に最適な棘状構造を探索した。突起の扁平率、高さ、および傾きを変化させた。生体構造を模倣した突起モデルを作成するために、FEA解析ソフトの機能により、底面の水平断面、突起頂点、突起頂点から1/2の高さ位置を指定し、棘状突起構造を作成した。図1に解析に使用した植物模倣棘状モデルを示す。突起の底面を楕円形に設定し、扁平率 $\alpha$ (=長軸A/短軸B)を1.4とし、その中心を原点に設定した。棘状突起の高さが1/2の位置における断面では、長軸と短軸はそれぞれ底面での長さの半分の楕円であり、x座標は $x_1$ とし、先端頂点の高さは $z = h$ 、 $x = x_2$ に設定した。

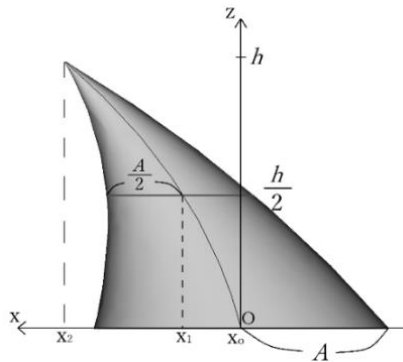


図1 生物模倣植物棘状構造のFEAモデル(A: 突起底面楕円半径,  $x_1, x_2$ : 突起の傾斜パラメータ, 扁平率  $\alpha$  (=楕円長径のA/楕円短径のA), 突起アスペクト比  $\beta$  (=  $h/A$ ))

## 2.2 供試材料

### 2.2.1 SPCC板

本研究では自動車車両製造に採用されている主要な金属材料であるSPCC(Steel Plate Cold Commercial)を使用した。SPCCプレートの寸法は15 mm×15 mm×0.8 mmである。微小突起を作製する前に、SPCC表面を#220番のサンドペーパーで研磨した後、超音波洗浄機でアセトン中で5分間脱脂し表面汚染層を洗浄除去した。処理後のSPCC表面の表面粗さはレーザ走査型顕微鏡を用いて測定したところ、平均値は $R_a = 2.0 \sim 4.0 \mu\text{m}$ であった。

粉末層の材料としてSUS316L粒子を使用した。表1にSUS316L粒子の化学組成を示す。本研究では、#10, #20, #30の3つの異なるグレードの粒子を使用した。公称サイズはそれぞれ10  $\mu\text{m}$ , 20  $\mu\text{m}$ , 30  $\mu\text{m}$ である。#20の粒子の形態とサイズ分布を図2に示す。

### 2.2.2 CFRTPチョップドシート

本研究では、公称厚さ0.5mmの炭素繊維強化熱可塑性プラスチック(CFRTP)チョップドシートを使用した。短冊状

にカットしたプリプレグの薄層を中間マトリックス樹脂上にランダムに配置している。チョップドシート中の炭素繊維の分布は、チョップドプリプレグに応じて局所的に規則的であり、炭素繊維の直径は7  $\mu\text{m}$ である。チョップドシートは炭素繊維が全方向に配向しているため、擬似等方性を有している。

### 2.2.3 ナイロン6(PA6)フィルム

ナイロン6(PA6)は、優れた機械的特性と耐薬品性および耐溶剤性を備えた通常使用されるエンジニアリングプラスチックである<sup>20, 21)</sup>。高い重ねせん断強度を特徴とするハイブリッド継手を得るため、先行研究結果<sup>22)</sup>より、SPCCとCFRTPチョップドシートの間の中間層として厚さのPA6フィルム100 $\mu\text{m}$ を選択した。

## 2.3 実験方法・装置

### 2.3.1 微細突起形成レーザシステム

Qスイッチダイオード励起固体(DPSS)レーザを搭載する照射システムを使用してSUS 316L粒子を溶解させ、SPCC表面にミクロンスケールの突起を形成した。このレーザシステムの最大出力、最大パルス周波数、および最小パルス幅はそれぞれ20 W, 40 kHz, および100 nsである。本工程には独自設計により構築した加工装置を使用した。その概略図を図3に示す。加工装置の上部にはレーザヘッドがある。レーザヘッドからレーザ光(発信波長1.06 $\mu\text{m}$ )が照射され、ワーク表面に垂直に到達する。赤外線透過ガラスを採用し、レーザエネルギーを低下させることなくレーザ光を透過させ、ガス置換ボックスの気密性を確保した。CNC制御のワークテーブルは、x軸とy軸に沿ったワークピースの正確な動きを制御し、微小突起の特定の形成位置を決定できる。

昇降プラットフォーム1と昇降プラットフォーム2は、Z軸に沿ったワークピースの高さの微調整と粗調整に適用され、昇降プラットフォームを調整することにより、レ

表1 SUS316L粉末の化学組成 (wt.%)

Chemical	Mo	Cr	Ni	Mn	Si	C	Fe
SUS 316L	2.08	17.25	12.56	0.70	0.84	0.017	Bal.

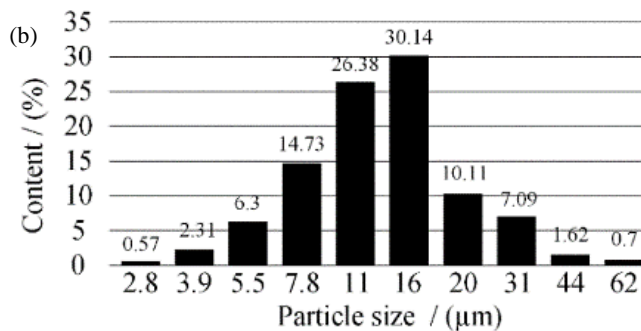
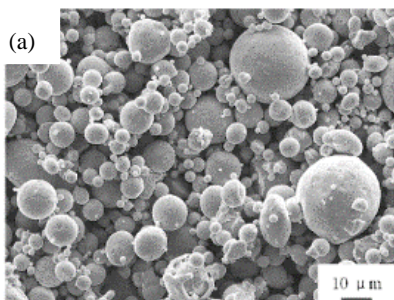


図2 SUS316L粉末(#20)の(a) SEM写真と (b) 粒径分布

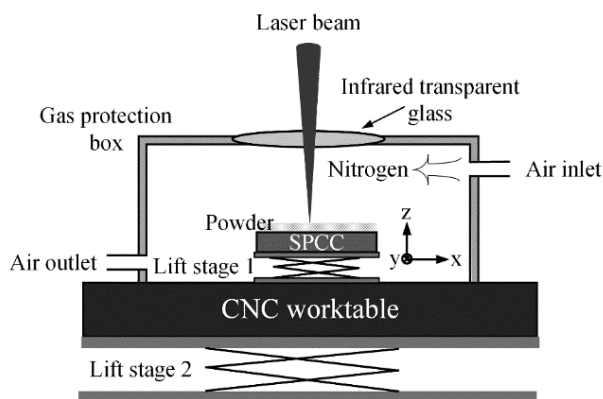


図3 微細突起形成レーザ装置の概略図

レーザ作動距離は0 mmから500 mmの範囲で可動する。実験中、ワークピースは窒素ガス保護ボックス内に保管され、ガス流量は4 L/minに維持した。実験前に保護ボックス内の空気を除去するために、1分前に窒素ガスを注入した。

単一微小突起の形成メカニズムを研究するために、元の粉末サイズ、粉末層の厚さ、レーザ出力密度、およびレーザ照射時間の4つの影響因子を体系的に調査した。

微小突起の作製の全体的な作業プロセスとして、4つの単一の微小突起をSPCC表面に作製し、長方形の形状に配置した。実際、CNCテーブルの制御を通じて、単一の微小突起の配置を任意に決定することが可能である。微小突起の形成への影響を検討するために、1秒、5秒、10秒、20秒の4つの異なるレーザ照射時間を選択した。レーザ出力密度は164 W/mm<sup>2</sup>、198W/mm<sup>2</sup>、293W/mm<sup>2</sup>、306W/mm<sup>2</sup>、274W/mm<sup>2</sup>、195W/mm<sup>2</sup>とし、それぞれ、300 mm、310 mm、320 mm、330 mm、340 mm、350 mmのレーザ作動距離に対応する。

### 2.3.2 CFRTP-SPCC接合

本研究で設計したSPCC-CFRTP異種材接合継手は、上側のCFRTPチョップドシート、中間層のPA6フィルム、下側のSPCC板の3つの構成要素から構成した。異種材料接合プロセスにおいて、界面状況は接合状態や接合品質を特徴付ける上で非常に重要である。そこで、CFRTPチョップドシートとPA6フィルムとの界面1と、PA6とSPCC板との界面2の2つの界面を定義し、接合状態と接合機構を検討した。2つの界面には明らかに空隙が存在しており、接合前に両界面を介した層間相互作用は存在しない。

### 2.3.3 超音波樹脂溶着システム

超音波樹脂溶着 (UPW: Ultrasonic Plastic Welding) は、熱可塑性プラスチック材料の接合に使用される。UPWの機械的振動はワークピースに対して垂直に作用し、熔融した熱可塑性樹脂の流動と拡散を促進する<sup>23)</sup>。UPWは他の接合方法と比較して高速で柔軟かつ効果的な接合プロセスであり、摩擦攪拌接合と比較して上面の損傷が最小限に抑えられる、高い構造信頼性、汚染リスクが最小限に抑えられる、環境に優しいなど、いくつかの重要な利点がある<sup>24)</sup>。

接合に使用したシステム全体を図4に示す。図中に標準接合条件を示す。SPCC-CFRTP異種材接合を実施するためにエネルギー制御モードで接合した。エネルギー制御モードで制御可能な接合パラメータは、接合加圧力、超音波振動振幅、超音波エネルギーである。接合加圧力はすべての実験において100 Nに保持した。超音波エネルギーが継手に及ぼす影響を300 Jから1500 Jまで調べた。予備加熱温度は20℃(室温)、50℃、80℃、120℃、160℃、200℃ (PA6の融解開始点)、および240℃ (PA6の完全熔融温度) とした。

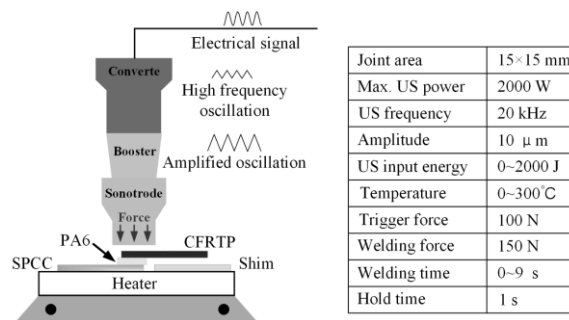


図4 超音波溶接システムの概略図

## 2.4 接合強度評価

重ねせん断試験により、接合部の機械的性能を評価した。万能引張試験機は標準ASTMD3163-01に基づいており、クロスヘッド速度を6 mm/minとした。接合試験片寸法を図5に示す。各接合条件について3回繰り返して試験し、測定結果の平均値を接合強度とした。

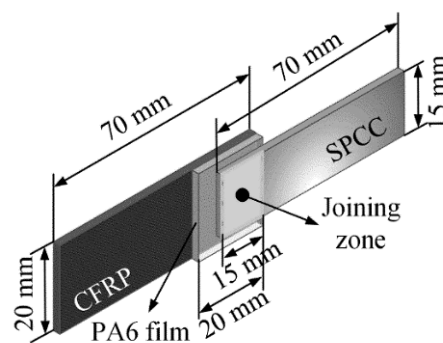


図5 SPCC/CFRP接合体の概略寸法図

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 棘状微小突起モデル<sup>25)</sup>

形状パラメータである扁平率 $\alpha$ の値を変化させ、FEA解析により最大主応力を求めた。すべての解析条件において、図6に示すように応力は突起ルート部に集中し、最大主応力は $\alpha$ の増加とともに増加した。また、突起部のアスペクト比 $\beta$  ( $= h/A$ )が最大主応力に及ぼす影響を調査したところ、一定の体積条件下では $\beta$ の増加につれて最

大主応力は直線的に増加した。さらに、図7に $x_1$ と $x_2$ により植物棘状モデルで傾きを変化させたときの最大主応力の関係を示す。 $x_1 = \alpha / 4$ 以上では、 $x_2$ の増加につれて、最大主応力は減少した。 $x_1 = \alpha / 8$ 以下では、最大主応力は減少した後に増加に転ずるが大きく変動しない。

今回の最小の最大主応力は $x_1 = 0$ 、 $x_2 = \alpha / 2 (= 0.29)$ であった。ほとんどの結果において応力集中部は突起ルート部であったが、 $x_1 = 0$ 、 $A/8$ のように、湾曲曲率が大きくなると、棘状突起先端付近で主応力が最大となる。

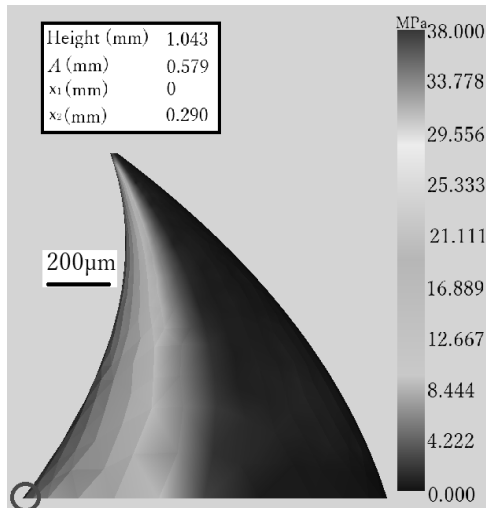


図6 生物模倣植物棘状構造の応力分布

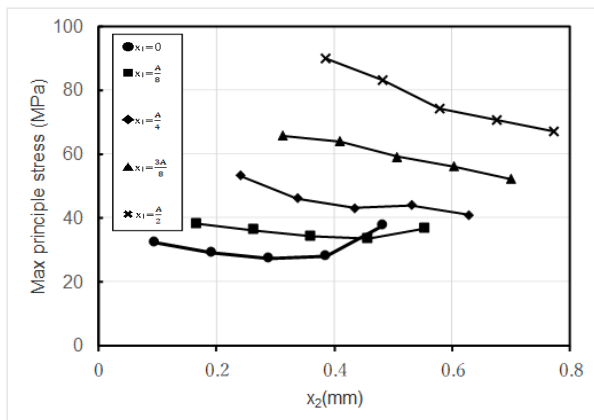


図7 棘状構造のパラメータ $x_2$ と最大主応力の関係

### 3.2 球状微小突起の形成<sup>26)</sup>

実験の多くは、図8に示すような球状の微小突起であった。実験後の粉体層表面は他の物質の生成や飛散もなく平坦な状態が保たれていた。各実験において、レーザー照射領域において単一の球状の微小突起を得ることができた。金属粒子は十分なレーザーエネルギーを吸収して溶融し、最終的に液体の表面張力の作用により球状の微小突起を形成した。これらのパラメータで得られた微小突起は、SPCC基板との密着強度を有する。したがって、図8(d)に示すように、SPCC表面から未溶融金属粒子が除

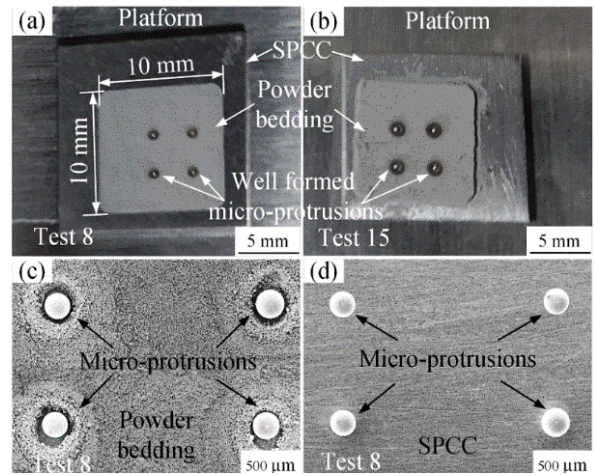


図8 球状微小突起の外観 (a) test8, (b) test15, (c) (a)の拡大写真, (d) (c)の粉末除去後

去された後も、形成された微小突起は依然としてSPCC表面に残り、CFRPとの接合強度の向上に有益である。

これらの微小突起構造の寸法を測定し、各実験結果の再現性も統計的に計算した。実験において、多くは粉末層の厚さが $100 \mu\text{m}$ の場合に、形成プロセスの安定化に役立つことを示した。この際、レーザー照射時間は10秒であり、十分なレーザー照射時間も微小突起の形成と安定性に寄与している。粉末が#10では形成される微小突起径はいずれも $250 \mu\text{m}$ 以下と小さく、#20では生成される微小突起のサイズは増大し、#30で微小突起は最大で約 $450 \mu\text{m}$ となった。

粉末サイズ、粉末層厚さ、および微小突起サイズの関係を図9に示す。形成された微小突起のサイズは、元の粒子サイズと正の相関がある。粉末サイズが小さいほど、それに対応して形成される微小突起も小さい。同様に、粉末層厚さと形成される微小突起との間には正の相関関係があり、粉体層が薄いほど、形成される微小突起構造のサイズは小さい。

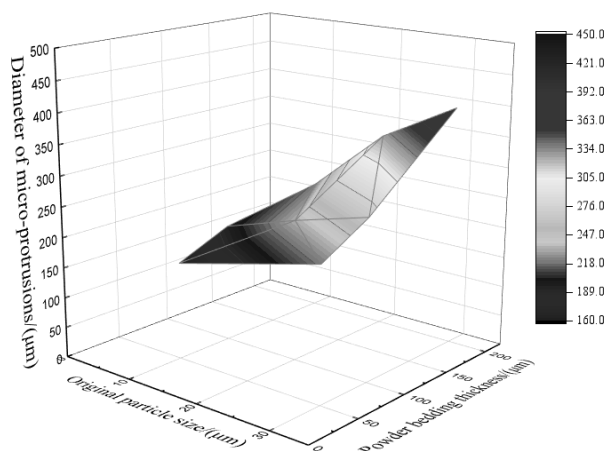


図9 粉末サイズ、粉末床厚さ、および微小突起径の関係

### 3.3 ハイサイクル異種材接合<sup>27)</sup>

#### 3.3.1 超音波エネルギーの効果

超音波エネルギーは、室温でPA6フィルムを軟化または熔融させるための主熱源である。異なる超音波エネルギーの下で得られた継手の微細構造をSEMにより観察した。超音波エネルギーが900Jに達すると、図10(b)に示すように、PA6フィルムがCFRTPシートと熔融し、界面1が消失した。これは、900Jの超音波エネルギー下での高振動がPA6フィルムとCFRTPチョップドシートの境界で熔融と相互拡散を引き起こす可能性があることを示唆している。これによりPA6フィルムとCFRTPチョップドシートの間の効率的な粘着力が保証される。その間に炭素繊維束はPA6フィルムの熔融に伴って接合端まで押し込まれている(図10(a))。この現象は、UPWプロセス中に超音波エネルギーの作用によりPA6フィルムが急速に溶けたという事実によって説明できる。次に、熔融したPA6フィルムで包まれたCFRTPチョップドシート表面の炭素繊維が、ホーンからの加圧力の作用下で中心から接合端に向かって流動する。界面2では、依然としていくつかの亀裂が発生しており、熔融PA6フィルムがSPCC表面を完全に満たしていないことを示している。900Jの超音波エネルギー下での溶接プロセス後も、炭素繊維は初期状態を維持可能であることも言及する必要がある。900Jの超音波エネルギー下で界面1が消失することは、超音波エネルギーを向上させることでPA6フィルムとCFRTPの間の効果的な接合が達成できることを証明している。しかし亀裂の発生は、接合特性の低下につながる接合欠陥と考えられる。実験結果から、この接合欠陥は室温下で超音波エネルギーを高めるだけでは解消できないことが判明した。

#### 3.3.2 予備加熱温度と超音波エネルギーの相乗効果

室温下の実験から、超音波エネルギーだけではPA6中間層を追加したSPCC-CFRTP異種材継手の効果的な接合を生成することはできず、界面2に発生する隙間欠陥が継手に深刻な影響を与えることが予見された。さらに、超音波エネルギーのみの作用下で得られる接合プロセスウィンドウは非常に狭い。したがって、隙間欠陥を排除し、微細な機械的インターロックを強化することは、接合部の

機械的特性を向上させるために不可欠である。このため接合時に下部ヒーターステージを加熱し、予備加熱下でSPCC-CFRTPの接合を実施した。

異種材接合部の機械的性能に及ぼす加熱温度と超音波エネルギーの相乗効果を、重ねせん断試験により評価した。図11に、さまざまな接合条件でのせん断強度の結果を示す。加熱温度80℃未満、超音波エネルギーが500J未満の場合、接合は達成せずに互いに剥離し、接合部の重ねせん断強度はほぼゼロであった。予備加熱温度と超音波エネルギーの増加により、接合が生じ、重ねせん断強度が向上した。ただし、加熱温度は160℃以下では接合部のせん断強度は、400N未満であった。接合部のせん断強度は、加熱温度が200℃で顕著に増加した。しかし、最大の接合強度が得られた加熱温度240℃では接合部の大きな変形が生じた。

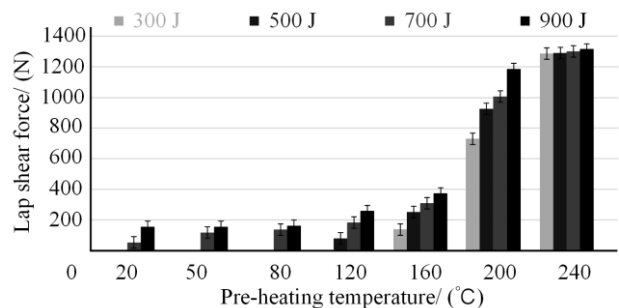


図11 せん断強度に及ぼす予備加熱温度の影響

## 4. 結言

- 1) 植物の構造にヒントを得た棘状構造モデルを考案し、その応力分布を、形状パラメータを変化させて弾性有限要素解析により調査した。棘状構造の体積が一定のもと、突起傾斜の程度に応じて最大主応力は300%以上変化することが判明した。突起内部に発生する応力が最も少ない場合、単純円錐構造モデルと比較して、最大応力が20%以上低減した。
- 2) SUS316L粒子が十分に熔融した場合、得られる微小突起構造は径が160 μm ~ 450 μmの球形となった。粉末サイズおよび粉末床厚さは、形成された微小突起径と正の相関があった。粉末の公称サイズが20 μm

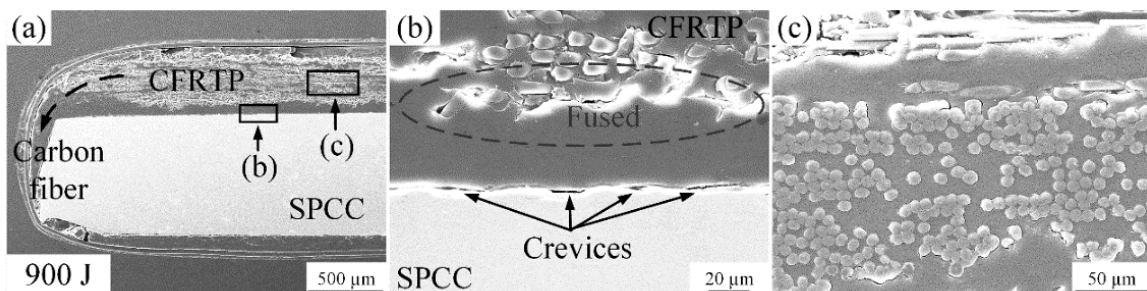


図10 超音波エネルギー900Jにおける接合部断面構造 (a) カーボンファイバーの流動 (b) 界面1, 界面2の状況 (c) カーボンファイバー拡大写真

の場合、粉末層厚さは100  $\mu$  mの場合に微小突起の形成に有利となる。レーザ出力密度の適切なプロセスウィンドウは160 W/mm<sup>2</sup>~290W/mm<sup>2</sup>の間であった。

- 3) PA6フィルムを中間層として採用した超音波溶接では、PA6フィルムの溶融は炭素繊維とPA6フィルムとの間の融合のための鍵であり、溶融PA6フィルムが金属表面の凹部に広範囲に広がることで最終的な接合が保証される。室温下でも炭素繊維とPA6フィルムは良好に融合するが、金属とPA6フィルムとの間の効果的接合は困難であった。高い超音波エネルギーによる炭素繊維の損傷は、接合部の品質低下を引き起こす主要な要因である。効果的な予熱により、SPCCとPA6フィルムの境界での隙間接合欠陥は減少し、溶融PA6フィルムが金属表面のくぼみ領域に広がり、機械的継手強度が向上するとともに、超音波エネルギーを抑制し、炭素繊維の流動や損傷を回避することができた。

### 謝 辞

本研究成果は、公益財団法人天田財団2019年度一般研究開発助成金（助成番号：AF-2019227-B3）の支援を受けて行われたものです。ここに深く感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) K. Ramaswamy, R.M. O'Higgins, J. Lyons, M.A. McCarthy, C.T. McCarthy, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 143 (2021).
- 2) F. Lambiase, S.I. Scipioni, C.J. Lee, D.C. Ko, F. Liu, *Materials (Basel)* 14(8) (2021).
- 3) P. Vanegas, J.R. Peeters, D. Cattrysse, P. Tecchio, F. Ardenne, F. Mathieux, W. Dewulf, J.R. Dufloy, *Resour Conserv Recycl* 135 (2018) 323-334.
- 4) N. Sarantinos, S. Tsantzalis, S. Ucsnik, V. Kostopoulos, *Composite Structures* 229 (2019).
- 5) H. Seidlitz, N. Tsombanis, F. Kuke, *Technologies for Lightweight Structures (TLS)* 1(2) (2018).
- 6) H. Seidlitz, S. Fritzsche, M. Ambrosio, A. Kloshek, *Open Journal of Composite Materials* 07(03) (2017) 166-177.
- 7) A. Keller, R. Geissberger, J. Studer, F. Leone, D. Stefaniak, J.A. Pascoe, C. Dransfeld, K. Masania, *Mater Design* 198 (2021).
- 8) M.T. von H.P.F. Silva, P.P. Camanho, A.T. Marques, P.M.S.T. Castro, *Ciência & Tecnologia dos Materiais* 29(1) (2017) e102-e107.
- 9) S. Ucsnik, M. Scheerer, S. Zaremba, D.H. Pahr, *Compos Part a-Appl S* 41(3) (2010) 369-374.
- 10) I. Skhabovskiy, N.L. Batista, C.A. Damato, R.P. Reis, E.C. Botelho, A. Scotti, *Composite Structures* 180 (2017) 263-275.
- 11) S.G. Kim, A. Suzuki, N. Takata, M. Kobashi, *Journal of Advanced Joining Processes* 4 (2021).
- 12) F. Smith, *Materials Technology* 20(2) (2005) 91-96.
- 13) H. Zhang, W. Wen, H. Cui, *Composites Part B: Engineering* 43(8) (2012) 3310-3317.
- 14) H. Dong, Z. Tang, P. Li, B. Wu, X. Hao, C. Ma, *Mater Design* 201 (2021).
- 15) A.T.T. Nguyen, M. Brandt, A.C. Orifici, S. Feih, *International Journal of Adhesion and Adhesives* 66 (2016) 81-92.
- 16) P.N. Parkes, R. Butler, J. Meyer, A. de Oliveira, *Composite Structures* 118 (2014) 250-256.
- 17) K. Schricker, L. Samfaß, M. Grätzel, G. Ecke, J.P. Bergmann, *Journal of Advanced Joining Processes* 1 (2020).
- 18) S. Dasilva, A. Jimenez-Suarez, E. Rodríguez, S.G. Prolongo, *Mater Design* 210 (2021).
- 19) A. Suzuki, K. Noritake, N. Takata, M. Kobashi, *J Mater Process Tech* 288 (2021).
- 20) Z. Gao, S. Peng, J. Sun, L. Yao, Y. Qiu, *Current Applied Physics* 10(1) (2010) 230-234.
- 21) Z. Tian, Q. Zhi, G. Zhang, X. Tan, L. Lu, P. Wang, Z. Liu, *Polymers (Basel)* 14(15) (2022).
- 22) F. Lionetto, C. Mele, P. Leo, S. D'Ostuni, F. Balle, A. Maffezzoli, *Composites Part B: Engineering* 144 (2018) 134-142.
- 23) T.G. Unnikrishnan, P. Kavan, *Materials Today: Proceedings* (2021).
- 24) Y. Yang, Z. Liu, Y. Wang, Y. Li, *Polymers (Basel)* 14(4) (2022).
- 25) K. Yasuda, R. Miura, T. Wang, *Proc. IIW2022*, 117 (2022).
- 26) T. Wang, K. Yasuda, H. Nishikawa, *Polymers* 14(23) 5235.
- 27) T. Wang, K. Yasuda, H. Nishikawa, *Materials & Design* 220 110873 (2022).