

2022 年度 学位論文（修士）

展開ラジエータ用 **Cu-Al-Mn**
形状記憶合金における大変形曲げモード

2023 年 1 月 27 日

東京都立大学大学院

システムデザイン研究科 システムデザイン専攻

航空宇宙システム工学域 博士前期課程

21863632 松枝里奈

指導教員 北薊幸一

目次

<i>Abstract</i>	<i>i</i>
1. 序論	1
1.1 展開ラジエータ	1
1.2 展開ラジエータにおける SMA の使用方法	4
1.3 展開ラジエータへの要求	5
1.3.1 Ti-Ni SMA と Cu-based SMA の比較	5
1.3.2 展開ラジエータにおける温度追従性のための材料選定	7
1.3.3 Cu-based SMA の歴史	8
1.3.4 Cu-Al-Mn SMA と Cu-Al-Ni SMA の比較	10
1.4 形状記憶合金	12
1.5 形状記憶合金の実際の展開ラジエータ中における挙動	15
1.6 粒径依存性や粒界に関する先行研究	15
1.7 座屈に関する先行研究	16
1.8 研究目的	18
1.9 論文の構成と概要	18
2. Cu-Al-Mn SMA において変態誘起応力及び変態ひずみにおける結晶粒径依存性	20
2.1 序論	20
2.2 実験方法	20
2.2.1 熱処理方法	20
2.2.2 試験片形状	25
2.2.3 試験方法	26
2.3 試験結果	27
2.4 考察	30
2.5 結論	31
3. 粗大粒材における非対称曲げ変形	32
3.1 序論	32

3.2 解析方法.....	32
3.2.1 解析モデル形状.....	32
3.2.2 解析手法.....	33
3.3 結果.....	35
3.4 考察.....	36
3.5 結論.....	38
4. 繰り返し大変形曲げにおける結晶粒径の影響.....	39
4.1 序論.....	39
4.2 実験方法.....	40
4.2.1 熱処理方法.....	40
4.2.2 試験片形状.....	40
4.2.3 試験方法.....	41
4.2.3.1 実験方法.....	41
4.2.3.2 解析モデル形状.....	41
4.2.3.3 解析手法.....	41
4.3 試験結果.....	42
4.3.1 実験結果.....	42
4.3.1.1 純 Aluminum の荷重変位曲線.....	42
4.3.1.2 結晶粒径の変化.....	43
4.3.2 解析結果.....	47
4.4 考察.....	49
4.5 過去の研究との比較.....	53
4.a 大変形曲げにおける有限要素解析の信頼性.....	54
4.a.1 序論.....	54
4.a.2 解析方法.....	54
4.a.3 結果.....	55
4.a.4 考察.....	57
4.b 単結晶材の大変形曲げにおける Parametric study.....	58

4.b.1 序論.....	58
4.b.2 解析方法.....	58
4.b.3 結果.....	60
4.b.4 考察.....	61
4.5 結論.....	62
5. 展開ラジエータへの実証.....	63
5.1 序論.....	63
5.2 実験方法.....	63
5.3 結果.....	63
5.4 考察.....	65
5.5 結論.....	66
6. 結論.....	67
研究業績.....	69
謝辞.....	70
参考文献.....	71

Abstract

A deployable radiator regulates the temperature of a spacecraft by changing the area of heat-dissipation surface. ISAS/JAXA is planning to utilize shape memory alloy (SMA) to replace mechanical actuator in the radiator for weight reduction. The SMA actuator is designed to operate by large-strain axial bending to achieve large stroke needed for deploying and stowing the radiator. In this study, superelastic Cu-Al-Mn SMA samples with high slenderness ratio subjected to 100 cycles of large-strain axial bending with a displacement exceeding 50% of their original length at room temperature (RT) were studied to clarify the contributions of transformation stress and strain needed for optimal performance of an actuator. The cyclic mechanical response of samples having a fixed geometry and several grain sizes (i.e., polycrystal, near-oligo crystal and single crystal) are evaluated. This thesis consists of the following chapters.

Chapter 1: Introduction

The requirements of SMA actuator and basic thermo-mechanical properties of SMAs are introduced. Besides that, the limitations of existing single-crystal Cu-Al-Ni SMA actuator and advantages of Cu-Al-Mn SMAs are discussed. Literature surveys on axial bending of SMA revealed that cyclic loading study was up to three with bending displacement less than 20% of their original length. Finally, the aims and overall flow of this study are stated.

Chapter 2: Grain-size effect on uniaxial tensile behavior

All Cu-17Al-11.4Mn (at.%) SMA samples were solid-solution treated at 900°C for 15 min followed by water quenching and ageing at 150°C for 120 min. Near-oligo crystal and single-crystal samples were subjected to several cycles of heat treatments (500 to 900°C) prior to solid-solution treatment to promote abnormal grain growth. Polycrystalline samples which had the smallest grain size with different orientations exhibited the largest transformation stress and smallest transformation strain; grains are three-dimensionally constrained and fail to effectively transform. Near-oligo crystal samples with grains oriented around $\langle 101 \rangle$ and $\langle 001 \rangle$ had the highest transformation stress and smallest transformation strain than those of single-crystal samples with $\langle 101 \rangle$ orientation; the contribution of grain orientation becomes dominant as the number of grain boundaries and triple junctions decrease.

Chapter 3: Asymmetrical bending in near-oligo crystal samples

During axial bending, both polycrystalline and single-crystal samples bent symmetrically, but near-oligo crystal samples bent asymmetrically. During axial bending, the transformation in each grain in near-oligo crystal samples is highly orientation and position dependent. Finite-element (FE) analysis on axial bending of a tri-crystal sample consisting of grains with different transformation stresses and strains showed that

stress concentrates around the grain boundaries and then led to asymmetrical deformation.

Chapter 4: Grain-size effect on cyclic large-strain axial bending behavior

Polycrystalline samples generated the largest output load attributed to their highest transformation stress but were susceptible to brittle fracture as loading cycle increases due to their smallest transformation strain. Near oligo-crystal samples, despite their largest transformation strain, had also poor fatigue resistance since dislocations are induced around the grain boundaries easily due to strain-incompatibility induced stress concentration. Moreover, they also had low reliability as twisting during asymmetrical bending yielded severe macroscopic stress concentration. Hence, near-oligo crystal SMAs are suitable for applications requiring uniaxial tensile deformation, however they are not suitable for axial bending due to asymmetrical deformation mode and poor fatigue resistance.

Chapter 5: Feasibility of Cu-Al-Mn SMA as an actuator for deployable radiator

Single crystal Cu-Al-Mn SMA was identified more reliable than polycrystalline and near-oligo crystal samples as an actuator for deployable radiator since it deforms symmetrically and possesses relatively high fatigue resistance. While both single crystal Cu-Al-Ni and Cu-Al-Mn SMAs with the same orientation exhibit comparable transformation strain, FE analysis showed that the latter is prone to local plastic deformation during large-strain axial bending due to its lower yield strength. Thus, Cu-Al-Mn SMA is reliable for cyclic axial bending with displacements less than 50% of the sample's length.

Chapter 6: Conclusions

This study has elucidated the mechanical response of high-slenderness ratio Cu-Al-Mn SMA samples having different grain sizes subjected to 100 cycles of axial bending with displacement exceeding half of their initial gauge length at RT through experimental and simulation approaches. Single-crystal Cu-Al-Mn SMAs are promising for actuator application as they had uniform bending and better fatigue resistance compared to polycrystalline and near-oligo crystal samples.

1. 序論

1.1 展開ラジエータ

現在，宇宙探査範囲の拡大に伴い，温度制御機構が必要となる。温度制御機構の一つに可逆展開ラジエータというものがある。可逆展開ラジエータとは放熱面と吸熱面の面積を変化させることで探査機の温度を一定に保つ装置である。以後，可逆展開ラジエータのことを展開ラジエータと呼ぶことにする。展開ラジエータの模式図を Fig. 1.1.1 に示す。Fig. 1,1.1(a)が宇宙機の温度が下がってきたときの吸熱状態，Fig. 1,1.1(b)が宇宙機の温度が高い時の放熱状態で，展開ラジエータにおける駆動として用いられる形状記憶合金は Fig. 1,1.1(b)の拡大部のように取り付けられる。展開ラジエータには放熱面と吸熱面がそれぞれある。高温時には展開して放熱面積を拡大し探査機の温度を下げ，低温時にはパネルを収納して吸熱面を出し，外部から熱を吸収することで探査機の温度を上げる。放熱面にはグラファイトシートを利用しており，軽量かつ高放熱を実現できる。このように，展開ラジエータは高い放熱量制御機構を有する。展開ラジエータは Fig. 1.1.2 の衛星の手前 x,z 面上にあるドアのような部分であり，それぞれ x 方向，z 方向の開閉は Fig. 1 1 2 右側に示すように行われる[1]。展開ラジエータは温度駆動を目標としており，展開角度は 0 度から 150 度，温度範囲は -40°C ~ 80°C で，サイズは $600\times 240\times 31\text{ mm}^3$ である。Fig. 1.1.3 に展開ラジエータの温度 -40°C ~ 80°C ，角度 0 度から 150 度で展開収納させたときの図を示す。各温度に対応する展開面積の遷移が分かる。

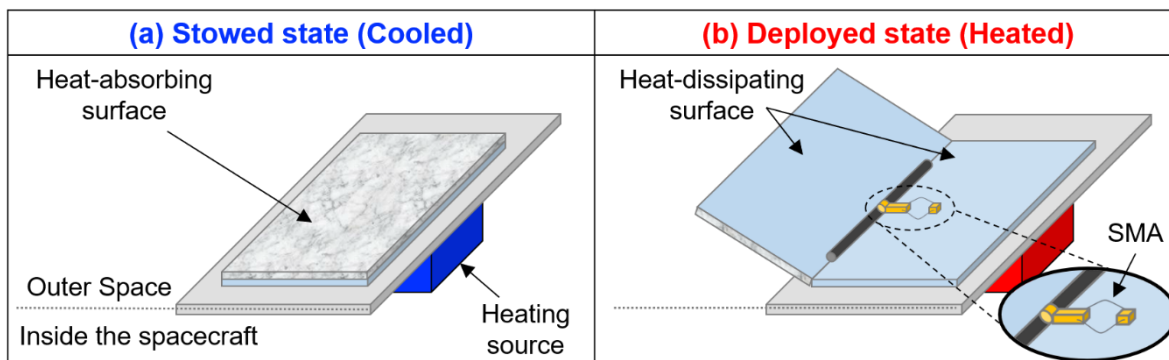


Fig. 1.1.1 Schematics of a deployable radiator in (a) stowed state when cooled and (b) deployed state when heated.

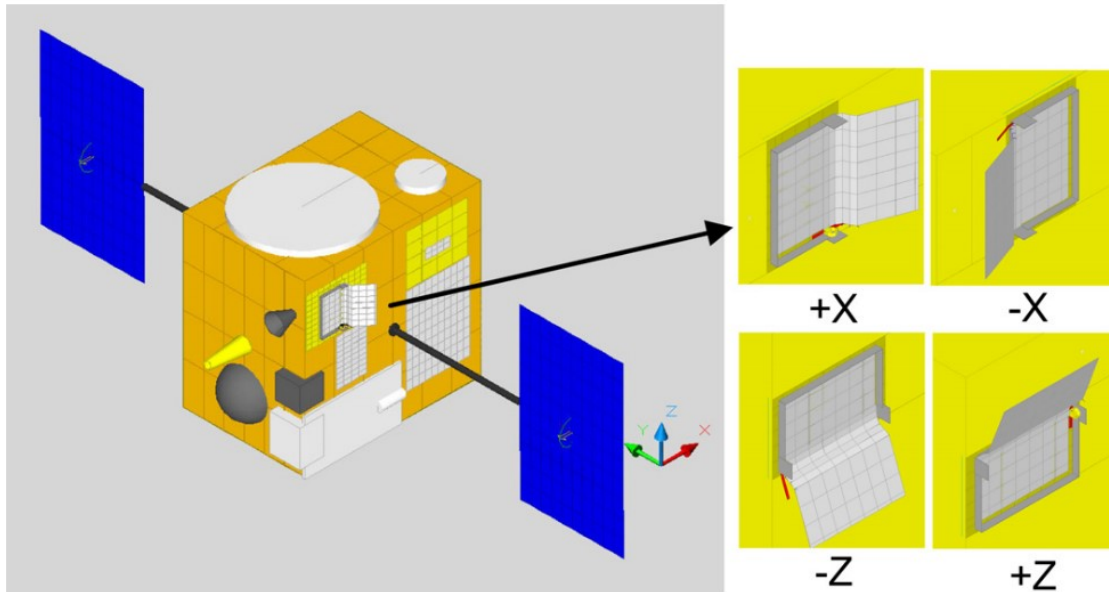


Fig. 1.1.2 Deployable radiator put in the spacecraft[1].

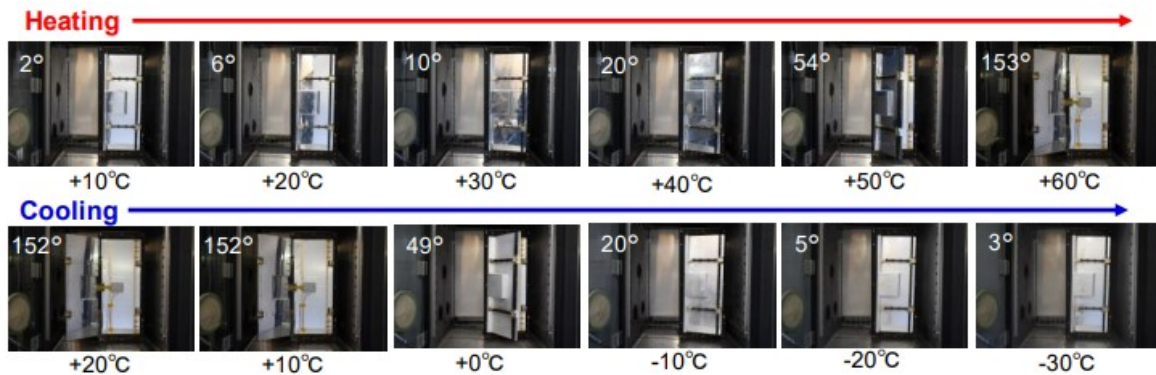


Fig. 1.1.3 Opening angle and temperature relationship of deployable radiator[2].

展開ラジエータのような従来の温度制御機構として、ラジエータやサーマルルーバなどが挙げられる[3]。ラジエータは構造がシンプルであるがヒータ電力を多く必要とし、かつ放熱量が少ない。サーマルルーバは熱膨張率の異なるバイメタルをスプリングとして用いてブラインドを開閉させることによって、放熱量を可逆的に変化させることができる。一方で、サーマルルーバはブレードを取り付ける枠が必要なことから質量が大きく、構造が複雑になってしまう。展開ラジエータは従来の熱制御機構とは異なり、軽量でありながら高い放射量制御性能を有するという利点がある。具体的には、従来の温度制御機構は放熱面積が固定であったのに対し、展開ラジエータは放熱面積が 1~2 倍で変化するという利点がある。

従来から展開ラジエータは開発されていたが、展開ラジエータ駆動のためのモータが重

いことが問題となっていた。重量を軽減するために ISAS/JAXA では展開ラジエータの駆動にモータでなく、温度によって形状の変化する形状記憶合金 (Shape memory alloy; SMA) を用いることで探査機の軽量化を試みている[1,2]。これは SMA が自律温度制御駆動力であるため、電力等を必要とせず、モータ、モータ駆動に必要な電力の重量を削減できる。これらのことから、SMA を用いた展開ラジエータは軽量化、そして電力量の削減を実現できる。

1.2 展開ラジエータにおける SMA の使用方法

探査機の大きさによって展開ラジエータのサイズが異なることから展開ラジエータに使用する SMA は駆動部における重量や形状が制限されている。SMA の利用方法としては引張、圧縮、曲げ変形が挙げられる。引張、圧縮変形は単純変形で使いやすく、材料選定や使用方法といった点で装置に組み込みやすいといった利点がある。一方で、展開ラジエータの展開、収納を行うには単一部品では変態ひずみの出る試験片に対して十分なストロークが得られない。複数部品を使用する、すなわち SMA を複数個連結させて使用すると、滑車等の複雑な機構が必要となり、展開ラジエータの信頼性が低下する。宇宙部品においては使用中にメンテナンスが不可能であるため、信頼性が低い部品は使用できない。一方、曲げ伸ばしで SMA を利用すると引張、圧縮と単一部品の使用で比較すると小型部品で大きなストロークが得られる。曲げ変形の中でも、代表的な 3 点曲げや 4 点曲げでは得られるストロークが小さいため、軸方向に試験片を繰り返し座屈させ、座屈後変位を長く取り大変形させる「軸方向大変形曲げ」(Fig. 1.2) は試験片を半分以上の長さまで曲げることができ、今回求められる展開ラジエータのアクチュエータ部分としての使用に適している。形状記憶合金の温度変化による曲げ伸ばしについては後ほど説明する。

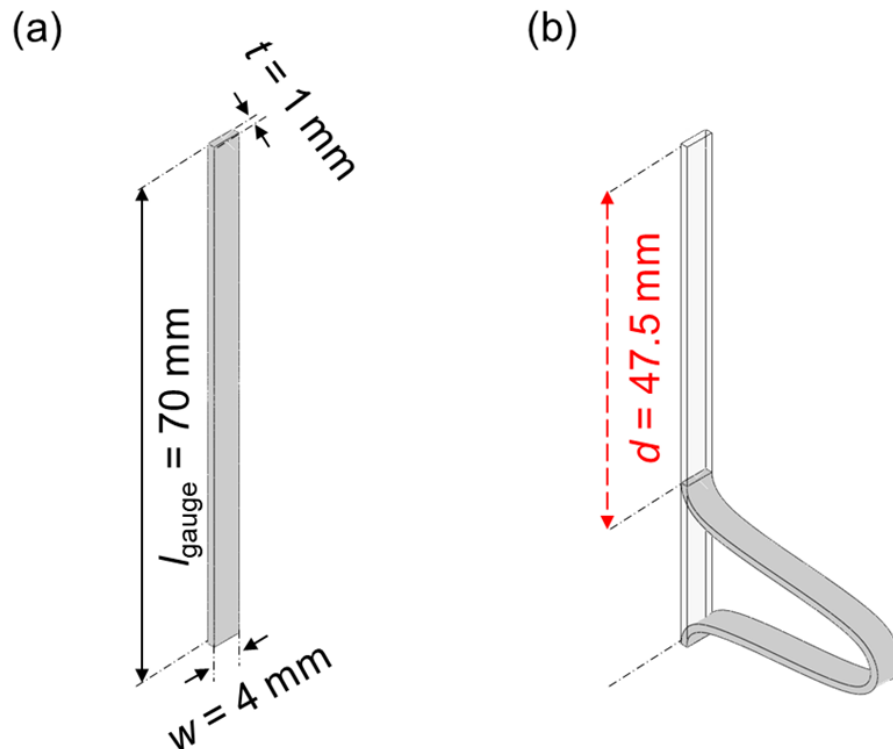


Fig. 1.2 Schematics of gauge section in an actual SMA actuator (a) before and (b) after loaded to a displacement of 47.5 mm during large-strain axial bending; t , w , l and d denote thickness, width, length and axial displacement, respectively.

1.3 展開ラジエータへの要求

展開ラジエータで使用する形状記憶合金に求められる特性として、展開に十分な出力荷重、少ない残留ひずみ、温度追従性が挙げられる。展開に十分な出力荷重とは形状記憶合金の軸方向曲げ伸ばしにおける軸方向の反力を出力としたときに、形状記憶合金の生み出す反力が展開ラジエータを展開、収納できるだけの力を有するという意味である。

形状記憶合金はサイクルを繰り返すうちに転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留によって残留ひずみが発生する[4]。残留ひずみが発生すると変形できるひずみが小さくなり試験片の曲げ長さが減少する。これにより展開ラジエータ展開収納に必要なストロークが得られなくなってしまう。十分なストローク維持のためにも少ない残留ひずみは必須の要求となる。

展開ラジエータは温度制御機構であるため、温度追従性が重要となる。温度追従性はその温度域での材料特性によるため、材料選定が重要となる。

1.3.1 Ti-Ni SMA と Cu-based SMA の比較

形状記憶合金には Ti-Ni SMA, Cu-based SMA など様々な材料の形状記憶合金があり、ばねやインプラント、航空エンジンなど様々な用途に使用されている[5,6]。Ti-Ni SMA は安定した形状回復やTi系由来の高強度などの理由から最もよく使用されている形状記憶合金である[7-10]。しかしながら Ti-Ni SMA は冷間加工性約 30 %と加工性に乏しいことから Tube やワイヤなど、用途が限定される。近年は Ti-Ni SMA を 3D 積層造形することで様々な形状への加工も進んでいるが、これにはコストがかかる。一方で、Cu-based SMA は Cu の割合が多いためやわらかく、強度は Ti-Ni SMA より低いものの、加工性が 70 %と非常に高く、最近では使用率が増えている。各温度域に使用される代表的な形状記憶合金を Fig. 1.3.1 に示す[11]。このように形状記憶合金は様々な温度域で使用可能である。

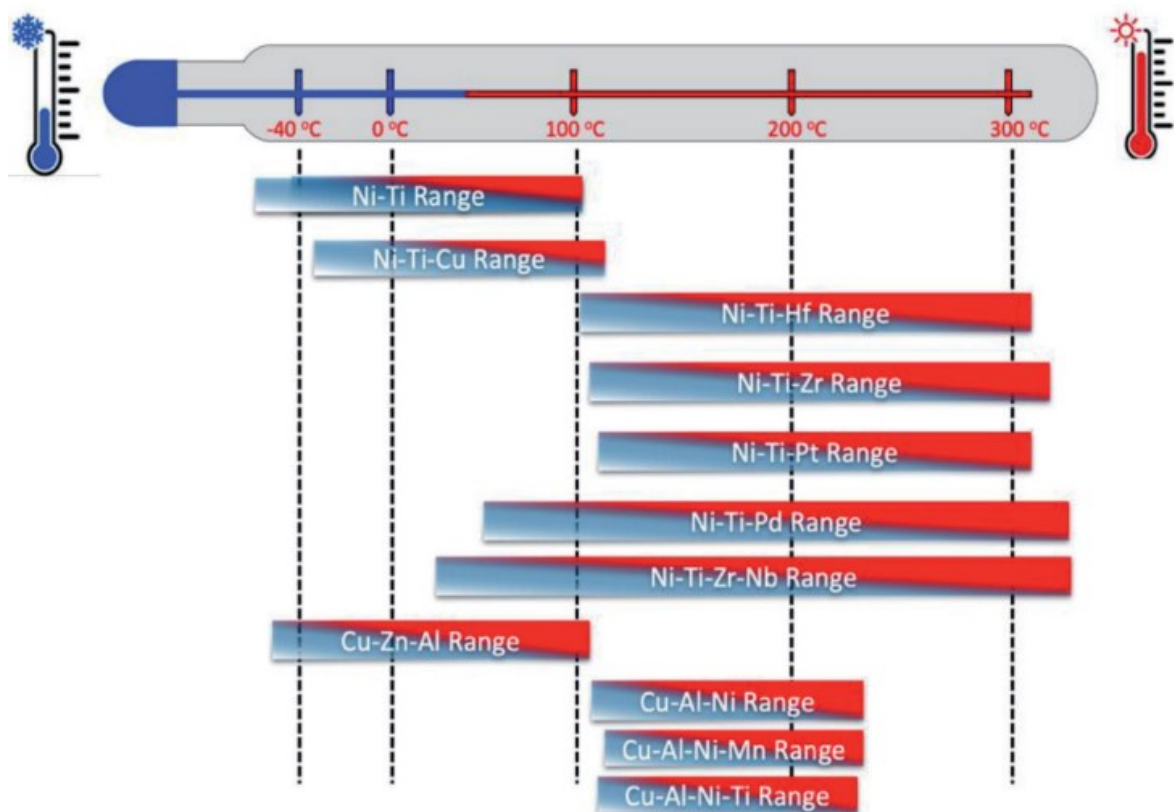


Fig. 1.3.1 Operating temperature of schematic for applications.[11]

1.3.2 展開ラジエータにおける温度追従性のための材料選定

展開ラジエータの作動温度は低温域であるため、低温での温度応答性，すなわち温度ヒステリシスが小さいことが重要となっている。この温度追従性は，超弾性の引張試験における応力ヒステリシス（負荷と除荷の変態中におけるプラトー応力の差）とおおよそ対応関係にある。Fig. 1.3.2 に Cu-based SMA と Ti-Ni SMA の温度における変態誘起応力の分布を示す[12]。 σ_M と σ_A はそれぞれ平均のマartenサイト変態誘起応力，逆変態時の応力である。理想的な変態，逆変態であれば，超弾性は負荷と除荷における応力ヒステリシス，Two-way shape memory effect では温度ヒステリシスはない。しかし，変態の際に格子がひずむエネルギーや母相とマartenサイト相の界面生成などの非科学的自由エネルギーの発生により，実際にはヒステリシスは存在する。そのため，アクチュエータなどの温度や応力での制御機構においては，応答性が重要であるため，小さなヒステリシスを有する材料を選択する必要がある。Cu-based SMA は Ti-Ni SMA に比べて低温における温度ヒステリシスが小さいため展開ラジエータの利用には Cu-based SMA が適しているといえる[12–14]。

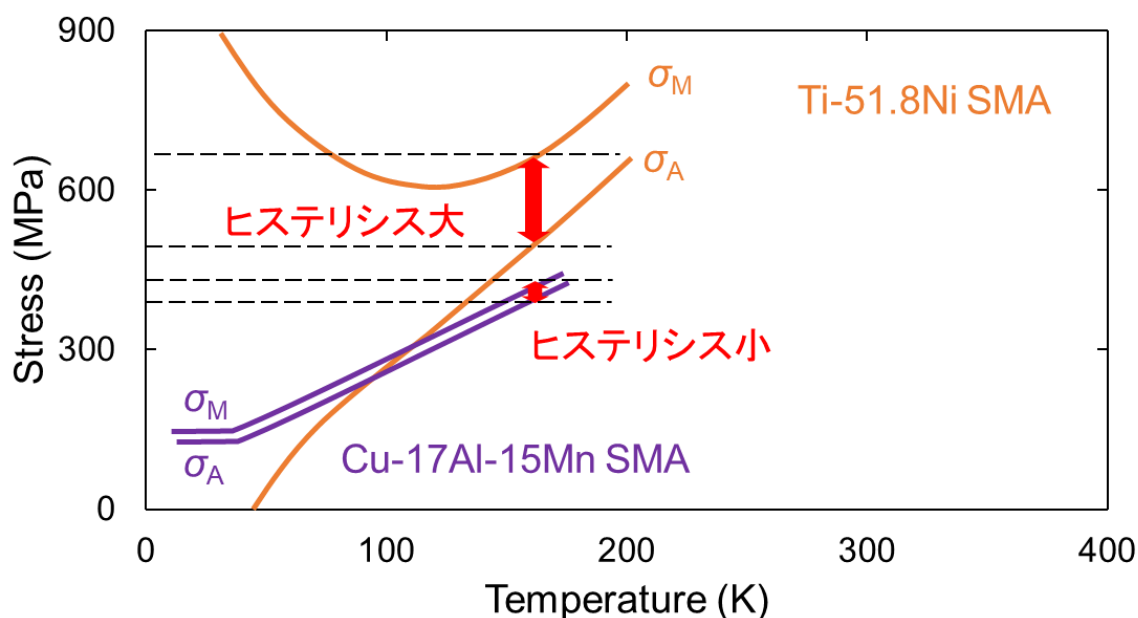


Fig. 1.3.2 Temperature variation of stress hysteresis of the Cu-17Al-15Mn single crystals in relation to the superelasticity, with Ti-Ni SMA [12]

1.3.3 Cu-based SMA の歴史

Cu-based SMA において多結晶材では粒界割れを起こすため、使用が困難であった[11,15]。粒界割れを防ぐための様々な研究がなされている。Sutou ら[16]は Cu-Al-Mn SMA の結晶粒径依存性を発見し、粒径が大きくなるにつれて変態ひずみが大きくなると述べている。粒径が小さいと、粒同士がお互いの変形を抑制するため、マルテンサイト変態が困難であるが、粒同士の拘束が少なくなることによって個々の粒が変態しやすくなる。

Cu-Al-Mn SMA の格子構造については Adiguzel らによって研究されている[17]。

Cu-based SMA には結晶方位依存性があり、使用する方向にある結晶粒がどの結晶方位になるかによって変態ひずみが異なる[18–21]。結晶方位をそろえるために集合組織制御により多結晶だが結晶方位をそろえて変態誘起応力を同じにすることで、粒の拘束を弱める方法などが研究されてきた[22]。近年 Cu-Al-Mn SMA では大森ら[23,24]が異常粒成長 (AGG) という繰り返し熱処理のみで Cu-Al-Mn SMA を単結晶化させる方法を考案した。Cu-Al-Ni SMA では、鑄造によって単結晶化させる方法が用いられている[25]。さらに、繰り返し熱処理では得られる単結晶材の結晶方位はランダムであるが、一方向凝固から AGG を施すことで得たい方位を単結晶化させる方法も確立されている[26]。Wang らの研究では、Cu-Al-Mn SMA の Mn の組成を変えることにより、変態温度を変えることができることが分かっている[27]。これらの発展により Cu-based SMA は制振材などに用いられるようになった[28]。

Cu-based SMA は時効の影響があることも知られている[29]。Cu-Al-Mn SMA は時効時間増加に伴いベイナイトが析出することが分かっている。ベイナイトの形態は Motomura らや Sutou らによって研究されている[30,31]。ベイナイトは硬く、形状記憶合金の相変態を妨げることが分かっている[30]。ベイナイトと力学特性の関係を Fig. 1.3.3 に示す。硬いベイナイト析出によって母相が覆われることでマルテンサイト変態が妨げられ、変態ひずみの低下や負荷除荷間の応力ヒステリシス増大が生じていることが読み取れる。これらを防ぐために、ベイナイト析出させない時効時間が研究されている。

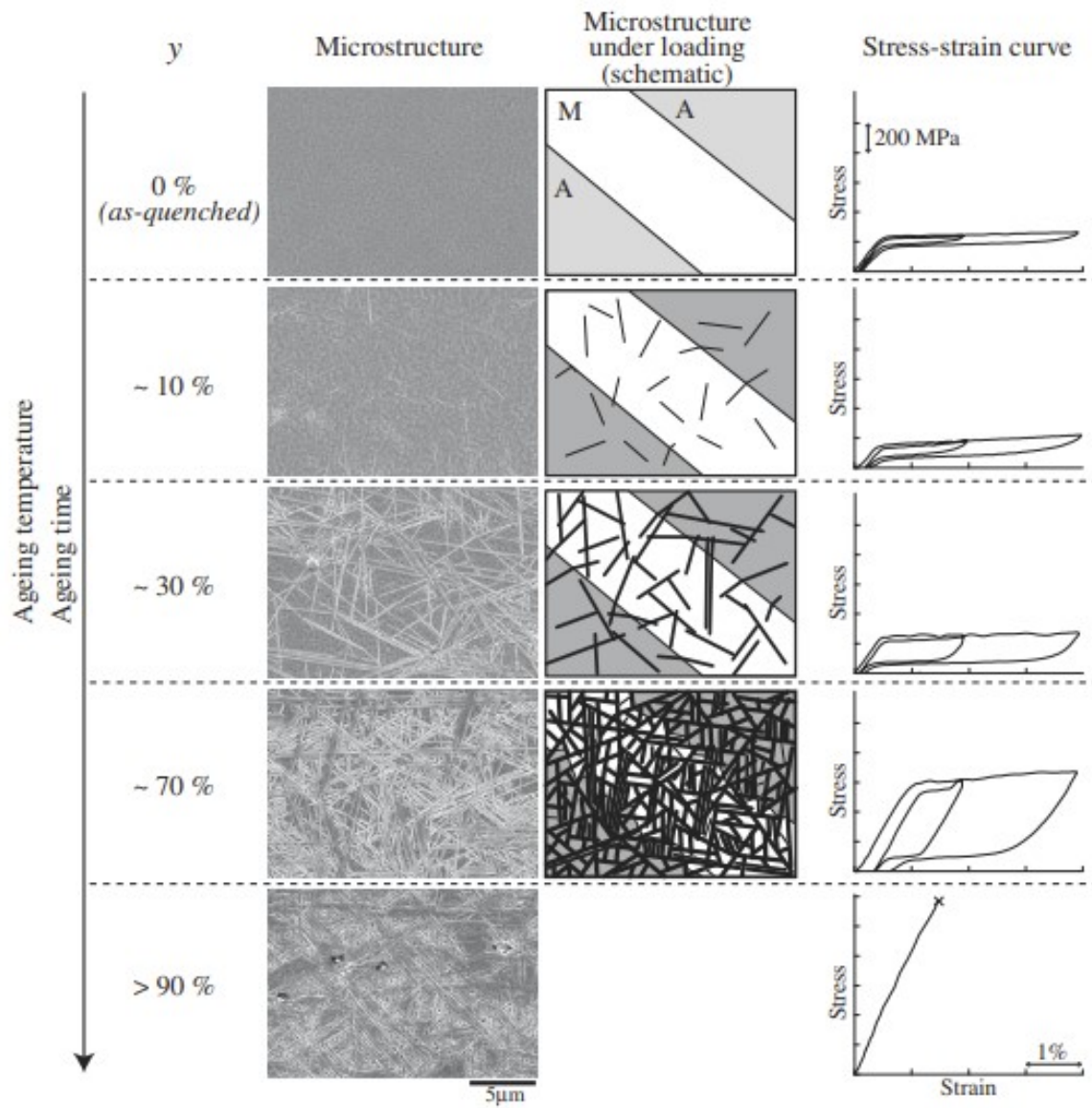


Fig. 1.3.3 Relationship between ageing time and mechanical response caused by the bainite plate [30].

1.3.4 Cu-Al-Mn SMA と Cu-Al-Ni SMA の比較

Cu-Al-Ni SMA と Cu-Al-Mn SMA は単結晶で用いることにより、温度ヒステリシスが小さくかつ優れたサイクル特性を得ることができる。現在 ISAS/JAXA の深宇宙探査機 Destiny+では単結晶 Cu-Al-Ni SMA が用いられている。使用している単結晶 Cu-Al-Ni SMA の大変形曲げ軸方向の結晶方位は<001>である。<001>方位の変態ひずみは~10 %と言われており、優れた超弾性を示す[25,32]。しかし、単結晶 Cu-Al-Mn SMA は Bridge man 法でしか作成することが出来ず、この製造方法はコストがかかる。さらに Cu-Al-Ni SMA は塑性ひずみが小さく脆いので、塑性領域に達するとすぐに破断する[11]。

本研究では、コスト削減と延性向上の観点から Cu-Al-Mn SMA の利用を検討した。前項で述べたように、Cu-Al-Mn SMA は繰り返し熱処理（AGG）により単結晶化できるため、Cu-Al-Ni SMA よりもコスト削減が可能である。また、Cu-Al-Mn SMA は Cu-Al-Ni SMA よりも延性が高いため信頼性も高い。これらのことから Cu-Al-Mn SMA は次世代展開ラジエータのアクチュエータ部分に適しているといえる。

1.3 章で説明した展開ラジエータへの要求である展開収納に十分な出力荷重と少ない残留ひずみは結晶粒径との対応関係にある。Cu-Al-Ni SMA が脆性で多結晶材では使用が不可能であるのに対し、Cu-Al-Mn SMA は延性の高さから多結晶材でも利用が可能である。粒径が小さいと変態誘起応力が高くなり、これは展開収納への反力に対応する。一方、少ない残留ひずみとは材料の変態ひずみの大きさにおおよそ対応する。粒径が大きいと変態ひずみが大きい試験片の残留ひずみを抑制できる。すなわち、結晶粒径の制御を行うことで、十分な出力荷重と少ない残留ひずみを両立できる最適条件を見つければ可能性はある。

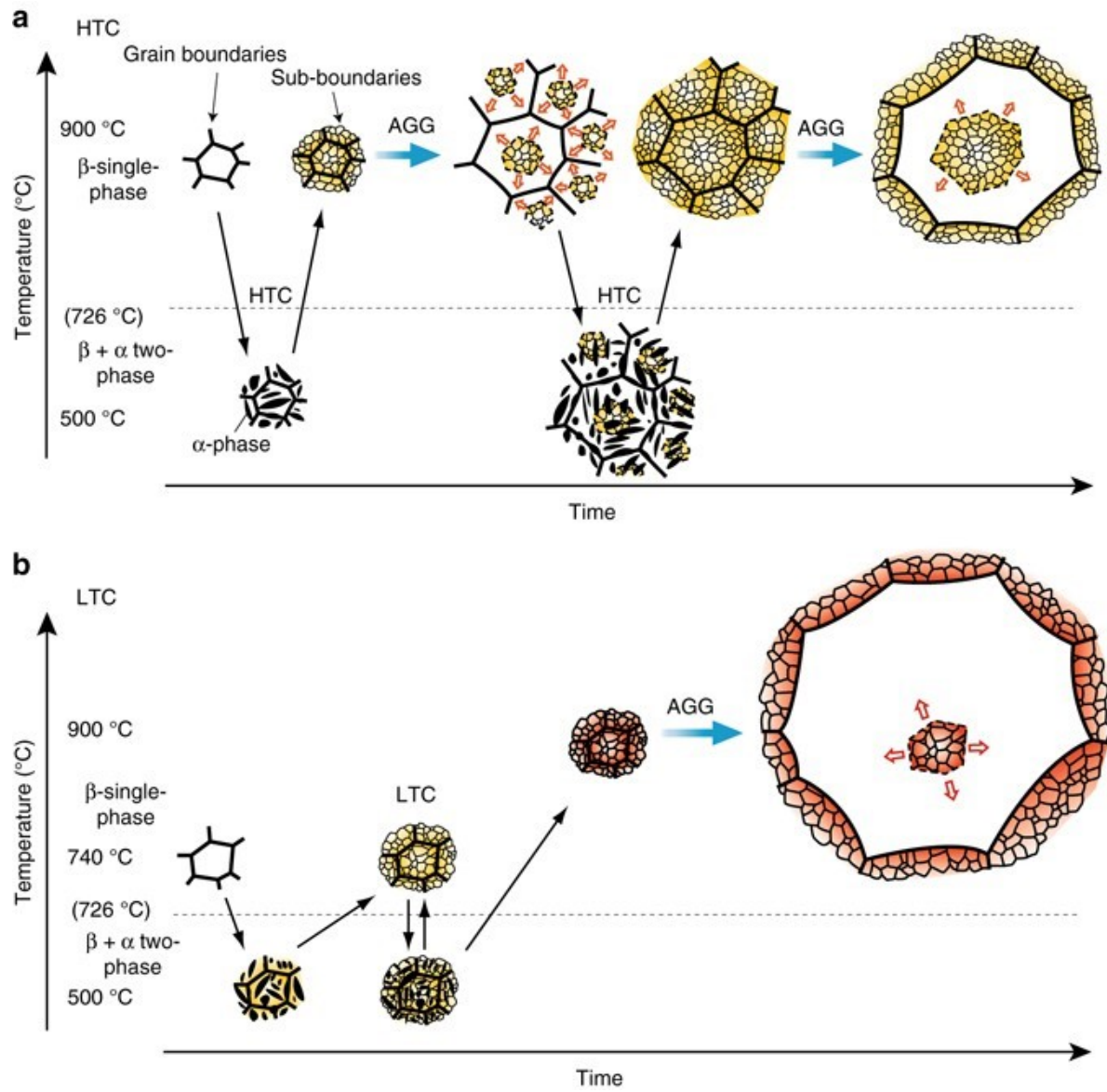


Figure. 1.3.4 Schematics of AGG. [23]

1.4 形状記憶合金

形状記憶合金とは温度を下げたり、応力をかけたりすることで相変態を起こしてひずみが発生し、形状が変化する金属である[33]。ここでいう相変態とは母相（オーステナイト相）からマルテンサイト相への変態を示し、この変態は無拡散変態である。この無拡散変態は高温状態で安定な相から合金を急冷し原子の拡散時間を与えないことで、高温で安定な相を低温で保つことによって得られる。Fig. 1.4.1 に形状記憶合金の応力—温度—ひずみ曲線の模式図を示す。 M_s , M_f はマルテンサイト変態開始温度，終了温度で A_s , A_f は逆変態開始温度，終了温度である。変態温度は材料や組成，熱処理条件などによって異なる。

形状記憶合金には3つの性質がある。超弾性（Superelasticity），形状記憶効果（One-way shape memory effect），Two-way shape memory effect である。

超弾性とは逆変態終了温度（ A_f ）以上で起こるもので，応力を負荷してマルテンサイト変態誘起応力に達するとオーステナイト相からマルテンサイト相に変態してひずみが発生する（Fig. 1.4.1, Fig. 1.4.2）。この状態から応力を除荷すると逆変態が起こり，もとの状態へと戻る。ただし A_f 以上の温度域でさらに温度を上げていき変態誘起応力がすべり変形を生じる応力値よりも高くなると，マルテンサイト変態誘起応力が塑性変形の始まる降伏応力よりも高くなるため塑性変形が先に起こり，マルテンサイト変態は生じない。

形状記憶効果とはマルテンサイト変態終了温度（ M_f ）以下で応力を負荷すると Twinned martensite から Detwinned martensite に相変態を起こしてひずみが発生するというものである。この Detwinned martensite を加熱し逆変態温度に達すると Austenite 相へと変化し，形状も元の形状へと戻る。

Two-way shape memory effect は変態温度を含む温度域で起こり，Austenite 相から弾性領域に相当する程度の応力をかけた状態で温度を冷やし，変態温度に達すると Detwinned martensite へと相変態する。応力を負荷しながら温度を冷やすのは無応力化で温度を冷やすとマルテンサイトへの相変態時にマルテンサイトの自己調整が起こり，マクロ的には形状変化のない Twinned martensite となるのを防ぐためである。応力を負荷することで相変態後の優先バリエーションの生成を促進できる。優先バリエーションのみが出てくることで，変態ひずみが得られる。Detwinned martensite に変化したものを加熱すると形状記憶効果と同時にオーステナイト相へと相変態しひずみも元へと戻る。このように，形状記憶合金には様々な性質があるため，超弾性では歯の矯正や制振材，Two-way shape memory effect では翼の主翼の角度変更など様々な用途に用いられている[34]。

形状記憶合金は変態するときは発熱反応し，逆変態するときは吸熱反応を示す。SMA における発熱反応，吸熱反応の模式図を Fig. 1.4.3 に示す[35]。

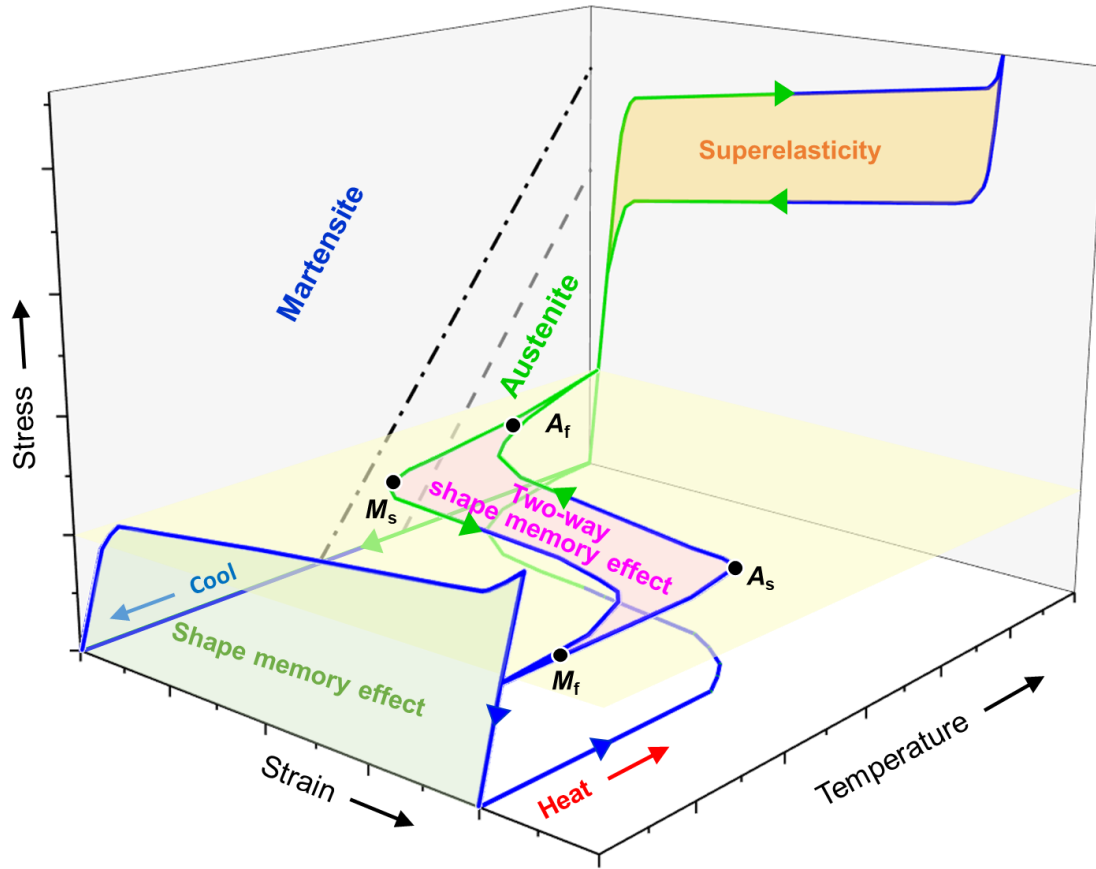


Fig. 1.4.1 Schematic of typical thermo-mechanical properties of SMAs as a function of stress, strain, and temperature. M_s and M_f denote start and end of martensitic transformation temperatures, respectively, whereas A_s and A_f denote start and end of reverse martensitic transformation temperatures, respectively.

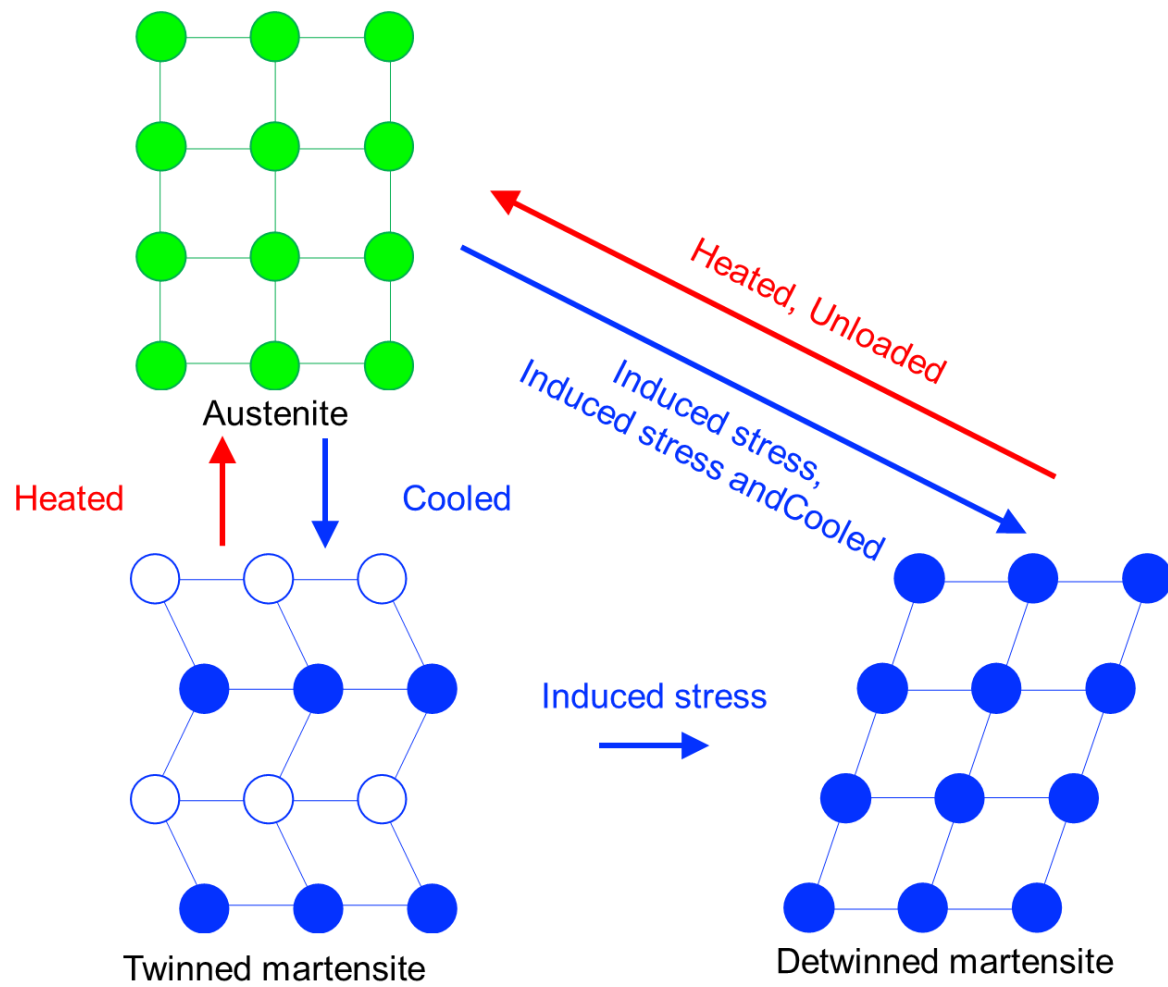


Fig. 1.4.2 Schematic of phase transformation about SMA

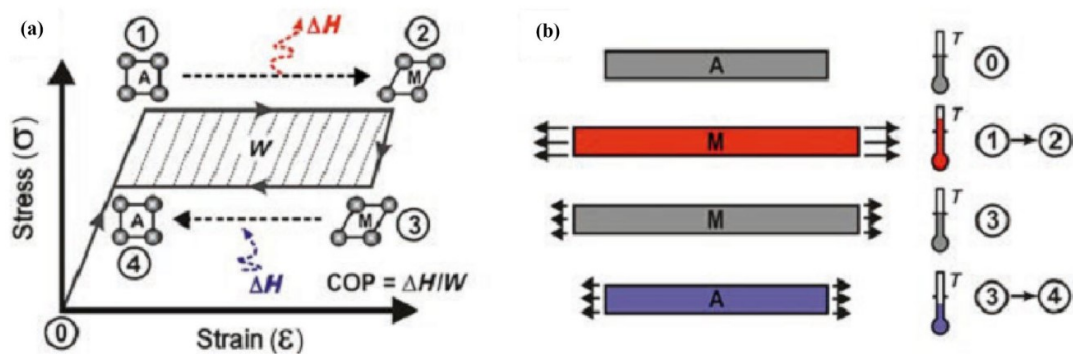


Fig. 1.4.3 schematic of heat release and absorption during transformation [35].

1.5 形状記憶合金の実際の展開ラジエータ中における挙動

展開ラジエータの展開収納には形状記憶合金の Two-way shape memory effect を用いる。宇宙機の外の温度が冷えていき形状記憶合金の変態温度に達すると、マルテンサイト変態を起こして試験片が曲がり始める。宇宙機の外の温度がマルテンサイト変態終了温度に達すると、試験片は完全に曲がり、展開ラジエータのパネルは収納される (Fig. 1.1.1 (a))。宇宙機の外の温度が逆変態開始温度になると展開ラジエータのパネルは展開しはじめ、逆変態終了温度に達すると展開ラジエータのパネルは完全に展開する (Fig. 1.1.1 (b)) [36]。

Destiny+における展開ラジエータは 200 cycle の開閉を予定している。宇宙機における使用時は 4 倍の性能が必要であるため、800 cycle での使用が求められる。

Fig. 1.4.1 に示すように、超弾性と Two-way shape memory effect はマルテンサイト変態における変態ひずみが同様であることや変態誘起応力も温度との相関があることから超弾性特性を評価することで Two-way shape memory effect における挙動も予測可能である。本研究では簡便な評価方法として超弾性を用いた試験を行った。

1.6 粒径依存性や粒界に関する先行研究

Cu-based SMA において粒径依存性があるのは 1.3 章ですでに述べているが、ここでは粒径依存性においてどのような研究結果が出ているかについて言及する。

結晶粒径依存性は引張や圧縮において研究されている。近年は Bi-crystal や Oligo-crystal といった粗大粒においての研究がなされている。Bi-crystal を用いた Su らの研究では、変態誘起応力の差から異なる応力でそれぞれの粒が変態すること、粒界で応力集中が起こり、粒界にマルテンサイトが残留することが分かっている[37–39]。Ueland らによると 3 つの粒で構成された粗大粒材の引張では、3 つの粒の粒界付近に応力集中が起こることなども有限要素解析から分かっている[40]。しかしながら、結晶粒径を変えた曲げ変形に関する研究は未だなされていない。

1.7 座屈に関する先行研究

現在、建物などの制振材の使用を目的として、Ni-Ti SMA の座屈が研究されている[41–43]。彼らは丸棒において細長比を変えたときの座屈挙動と圧縮挙動の違いや、座屈挙動のメカニズム、そして座屈荷重を正確に考慮した解析手法を提案した。

Rahman らは Aluminum や Stainless Steel と Ni-Ti SMA を比較し、SMA の座屈挙動を細長比別に明らかにした[41]。細長比が低いときは圧縮における変態誘起応力の方が座屈応力よりも高いため、圧縮におけるマルテンサイト変態が起こった後変態途中で試験片の見かけの剛性が低くなり座屈がおこるという 2 段階の変態が起こる (Fig. 1.7 (a))。細長比が高いと圧縮における変態誘起応力に達するよりも早く、座屈応力に達するため、弾性領域で先に座屈するというを示した (Fig. 1.7 (b))。さらに SMA においては 3 サイクル試験を行い、SMA は 3cycle では挙動の変化が少ないことから SMA は繰り返し使用可能で、制振材に適しているということも発見した。

Pereiro らは細長比を変えたときの座屈挙動を明確にし、かつ、有限要素解析によって、応力集中が局所変形部（中央部とグリップ部）に起こることを確認した[42]。細長比 ($\frac{L}{k}$) と座屈荷重 (P_{CR}) の求め方をそれぞれ式 (1)、(2) に示す。

$$\frac{L}{k} = \frac{L_{gauge}}{i_z} \quad (1)$$

$$P_{CR} = \frac{4\pi^2 EI_z}{L_{gauge}^2} \quad (2)$$

ここで式 (1) における L_{gauge} は座屈長さ、 i_z は断面 2 次半径、式 (2) における E 、 I_z はそれぞれヤング率および、断面 2 次モーメントである。断面 2 次半径 (i_z) の求め方は式 (3) に示す。

$$i_z = \sqrt{\frac{I_z}{A}} \quad (3)$$

また、Parametric study としてヤング率等を変えたときの影響を調査した。高い細長比の場合は、オーステナイト相のヤング率と引張と圧縮における変態ひずみの差がそれぞれ座屈荷重と座屈後荷重に影響する。ヤング率が高いほど座屈荷重は高くなり、引張と圧縮における変態ひずみの差が大きいほど座屈後荷重は大きくなる。低い細長比の場合は、細長比 12 以下の座屈の生じない圧縮試験時と同様にマルテンサイトの弾性率と圧縮における変態誘起応力がそれぞれ試験片のマルテンサイトの弾性変形及び降伏応力と試験片の変態誘起応力に影響を与えることを明らかにした。引張と圧縮において変態ひずみが異なる場合とは、引張と圧縮において生じる優先バリエーションが異なる場合などが考えられる。さらに、建築物において部材が壊れるのを防ぐために重要な座屈荷重を正確に予測するために、プログラミングを用いた座屈解析を行った。結果、様々な細長比において実験と一致する座屈荷重の算出に成功した。

Asfaw らは DIC 解析を用いた座屈挙動の観察から、細長比が高い試験片は座屈後において圧縮の影響よりも引張の影響が支配的であることを示した[43]。また、試験速度を変えたときの影響についても議論している。試験速度が大きくなると高い細長比の試験片では除荷時 0 N における変位が大きくなり、ひずみが残留していることを示した。さらに、試験速度を変化させたときのマルテンサイト変態、逆変態における発熱、吸熱反応を観測し、試験速度が大きいとマルテンサイトの変態、逆変態が速度に追従して放熱を進めることができず、吸熱反応時も室温以上の温度となることを示した。

先行研究では建設物制振材の用途に限定された研究となっており、座屈長さは全体の 20 %以下で、サイクル数も最大 3 サイクルで主に建築で重要な細長比や座屈荷重の評価のみとなっている。

本研究では全体の半分以上の長さを座屈させ、かつ 100 cycle 繰り返して座屈させる（軸方向に圧縮する）ため、試験片に疲労の影響が出てくるはずであるが、座屈による疲労の研究はなされていない。また、先行研究では Ni-Ti SMA のみを扱っており、Cu-based SMA での研究とはなされていない。さらに試験片形状において丸棒材のみしか行っていない。丸棒材でなく板材での座屈であると、丸棒よりも変形する断面積が増加するが、板材による軸方向曲げは研究されていない。

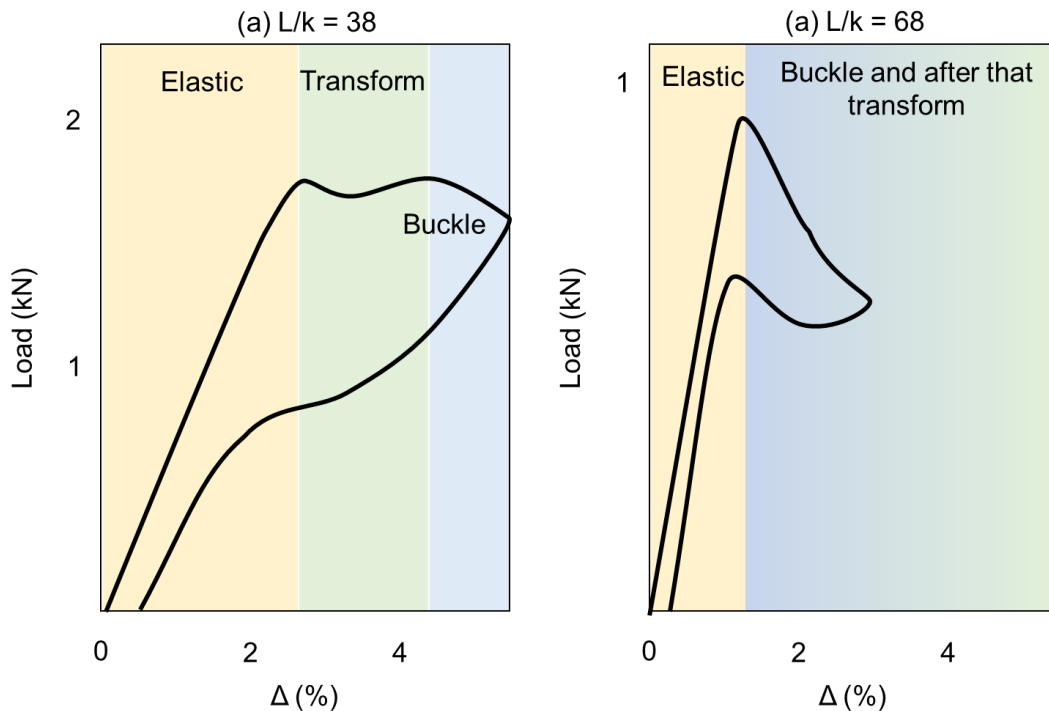


Fig. 1.7 Buckling and post buckling behavior of Aluminum, Stainless steel and SMA with (a) $L/k = 38$, (b) $L/k = 68$. [41]

1.8 研究目的

本研究では Cu-Al-Mn SMA 展開ラジエータ実用化に向けた大変形曲げの理解を目的とする。大変形曲げにおける評価パラメータとして結晶粒径依存性を調べた。結晶粒径を変化させることで高い変態誘起応力と大きな変態ひずみを両立できる最適粒径を探ることができると考えた。

大変形曲げを調査する前に、異なる 3 つの粒径（多結晶材，粗大粒材，単結晶材）における引張，圧縮試験を行い，結晶粒径による影響や結晶方位依存性を評価し，試験片の引張における結晶粒径，結晶方位依存性を調査し，自身の研究の信頼性を確認する。

次に，大変形曲げにおいて結晶粒が及ぼす大変形曲げにおける影響を明らかにする。実験と解析から結晶粒径と結晶方位による大変形曲げの形状，応力分布，塑性ひずみの変化やサイクルによる荷重変位曲線の変化を明らかにする。

最後に展開ラジエータにおける Cu-Al-Mn SMA の実用可能性を調査し，Cu-Al-Mn SMA の展開ラジエータ適応条件を明らかにする。

1.9 論文の構成と概要

Fig. 1.9 に論文の構成を示す。1.8 章に述べた事項をどこの章で記載しているかをまとめている。各章の概要を以下に示す。

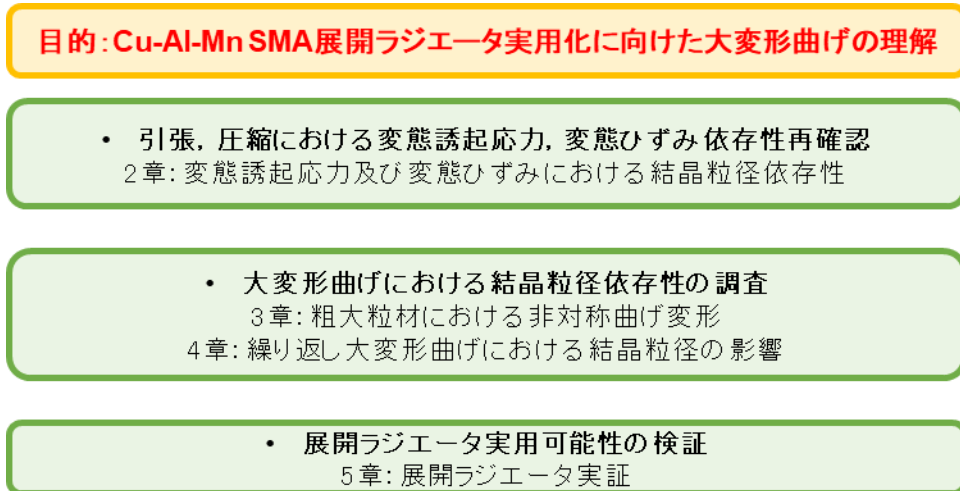


Fig. 1.9 Outline of this thesis.

- 2 章 (Cu-Al-Mn SMA において変態誘起応力及び変態ひずみにおける結晶粒径依存性)
異なる 3 つの粒径における引張, 圧縮試験を行い, 結晶粒径による影響や結晶方位依存性を評価する。

- 3 章 (粗大粒材における非対称曲げ変形)

粗大粒材を模擬するため, 3 つの粒を有するモデルにおいて軸方向曲げにおける有限要素解析を行い, 粗大粒材における個々の結晶方位が及ぼす大変形曲げへの影響及び, 大変形曲げの変形メカニズムを明らかにした。

- 4 章 (繰り返し大変形曲げにおける結晶粒径の影響)

細長比の高い超弾性 Cu-Al-Mn SMA における室温繰り返し 100cycle 大変形曲げ (変位は試験片の 50%以上) の機械特性の評価を展開ラジエータのアクチュエータ部分における最適な機械特性や信頼性を最適化するという目的で行った。同じ細長比で異なる粒径 (多結晶, 粗大粒, 単結晶) を有する試験片を実験的に評価した。これは変態誘起応力や変態ひずみが展開ラジエータの出力荷重や信頼性に与える影響を調査するためである。応力と塑性ひずみ分布を有限要素解析により実験結果の原因を明らかにするために算出した。

4 章の結果に補足として 4.a 章と 4.b 章を設けた。4.a 章と 4.b 章の概要を以下に示す。

- 4.a 章 (大変形曲げにおける有限要素解析の信頼性)

大変形曲げの有限要素解析結果を示したが, 有限要素解析における妥当性について示す必要がある。本章では 4 章で示した解析結果における荷重変位曲線を実験結果の荷重変位曲線と比較し, 有限要素解析の信頼性を検証した。

- 4.b 章 (単結晶材の大変形曲げにおける Parametric study)

大変形曲げにおいて変態ひずみ, 変態誘起応力, 降伏応力などのどの特性が変形に寄与するかを 2 つの材料特性から比較した。

- 5 章 展開ラジエータ実証

Cu-Al-Mn SMA における展開ラジエータの実用可能性を検証するために, 現在 EM 試験まで実用化の検証が完了している Cu-Al-Ni SMA との比較を行った。

- 6 章 結論

今回の研究結果で得た知見をまとめた。

2. Cu-Al-Mn SMA において変態誘起応力及び変態ひずみにおける結晶粒径依存性

2.1 序論

Cu-based SMA は結晶粒径依存性があることが知られている [19,25]。Sutou らの研究では多結晶の Cu-Al-Mn SMA において粒径が増加するとともに、結晶粒同士の拘束が少なくなり、変態ひずみが増加することが知られている [16]。本研究では引張、圧縮における結晶粒径依存性を明らかにすることで、自身の研究の信頼性を確認するとともに、結晶粒径による影響を再確認する。

2.2 実験方法

2.2.1 熱処理方法

Furukawa Techno material (Japan) から支給された異なる 3 つの粒径（多結晶，粗大粒，単結晶材）の Cu-17Al-11.4Mn SMA を用いる。支給材は熱間圧延されている。この材料を熱処理することで粒径を変化させる。Cu-Al-Mn SMA の状態図を Fig. 2.2.1.1 に示す [44]。Cu-17Al-11.4Mn SMA は 800°C 以上で β 相となる。 β 相が変態を起こす相となっているため、 β 単相化を行う必要がある。 β 単相化を行うためには試験片を 800°C 以上で β 単相とした後、焼き入れを行うことで β 単相を保つ必要がある。

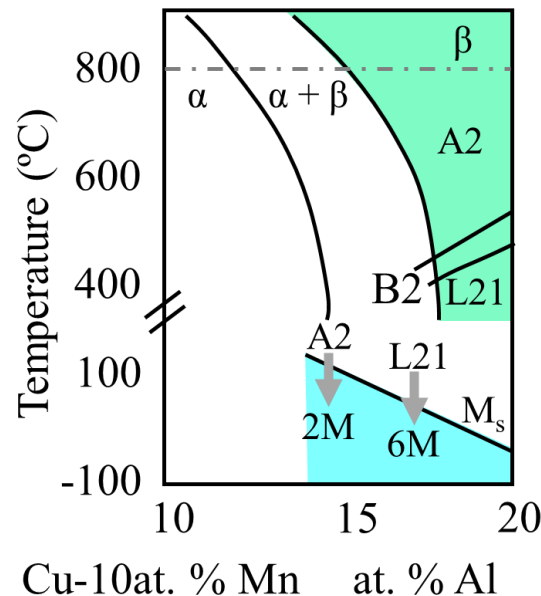


Fig. 2.2.1.1 Phase diagram of Cu-Al-Mn SMA [44].

各粒径における熱処理方法を Fig. 2.2.1.2 に示す。多結晶材は 900°C15 分の容体化処理で均質化するとともに焼き入れを行うことで試験片を β 単相化 (B2) し、その後 150 °C120 分の時効を行い、不規則である B2 (β 単相) から L21 (β 単相) への規則化を行う [25,44,45]。母相の規則化によってひずみの大きなマルテンサイトの出現やすべり系減少によるすべり変形の抑制ができる。Cu-based SMA における母相の格子構造は Kainuma らや Ciatto らによって明らかにされており、格子構造を Fig. 2.2.1.3 に示す [45,46]。 α (A2), β (A2, B2) が不規則構造であり、変態ひずみが小さい。規則化して β (D03, L21) にすることで大ひずみを実現できる。

時効時間を 120 分よりも長くするとベイナイト析出がおこる。ベイナイト析出を妨げるために 150 °C120 分の時効時間とした。時効後の SEM 画像を Fig. 2.2.1.4 に示す。ベイナイト析出が起きていないことを確認した。時効温度を 150°Cとしたのは、低温時効することで、析出物の制御が行いやすいためである。

粗大粒材と単結晶材は Fig. 2.2.1.2 に示す熱処理を行う前に異常粒成長 (AGG) を行い、単結晶化をさせる。その後、粗大粒材は 900°C3 時間の焼きなましを行い、相を β 単相から $\alpha + \beta$ の 2 相とすることで、粒径を単結晶である粒界のない状態から粗大粒まで分割する。その後多結晶と同様、粗大粒材は 900 °C15 分の容体化熱処理で β 単相化させた後、150 °C120 分の時効を行う。単結晶材は AGG により β 単相でとどめた単結晶化が完了しているため、時効のみを行い規則化させる。

試験片の変態温度の DSC を Fig. 2.2.1.5 に示す。すべての試験片における変態温度は -100°C~0°Cの間である。

試験片の引張方向の粒径を Fig. 2.2.1.6 に示す。粒径は Linear intercept method を用いた。板厚 1 mm において今回の多結晶の熱処理条件では、粒径は 3 次元的に成長することが知られている [47]。粒径の観察は研磨後走査型電子顕微鏡 (JEOL JSM-7100F) で EBSD (TSL-OIM) が内蔵されているものを用いた。EBSD では荷重負荷方向における結晶方位と結晶粒径を観察した。

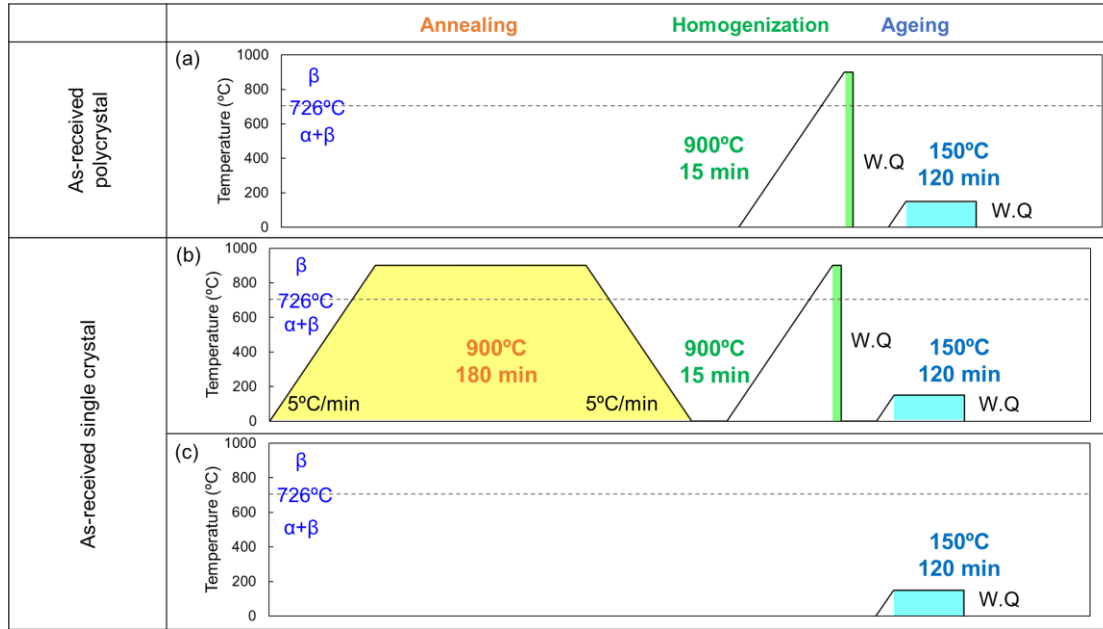


Fig. 2.2.1.2 heat-treated condition of (a) Polycrystalline (b) Near-oligo crystal (c) Single-crystal samples. (b) and (c) are after conducted Abnormal grain growth (AGG). W.Q means water quenching.

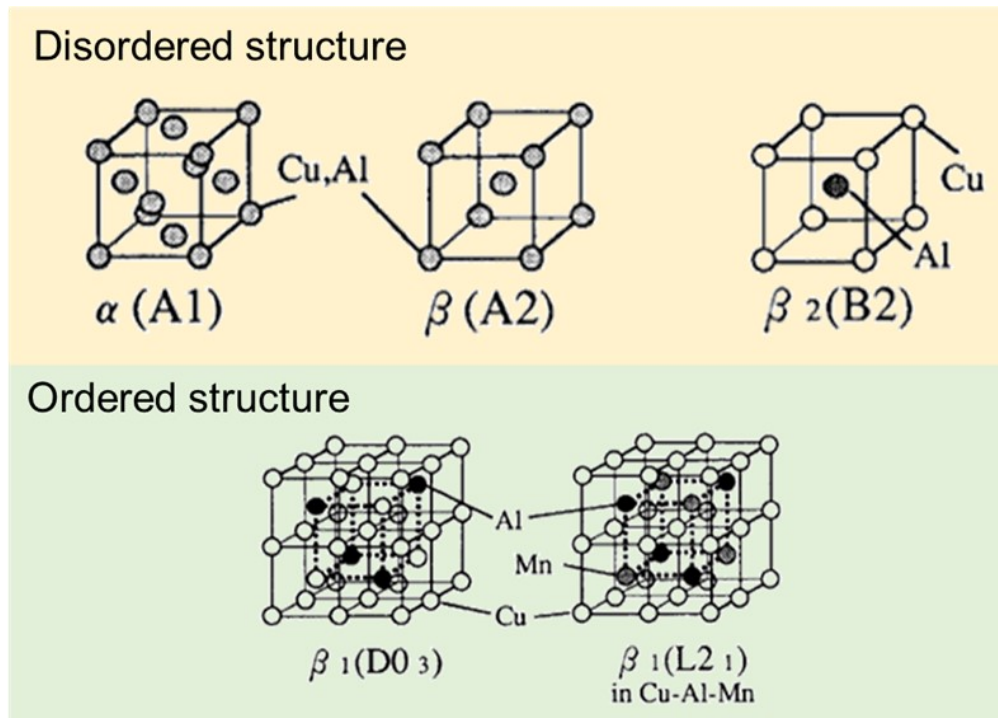


Fig. 2.2.1.3 ordered and disordered structure of Cu-based SMA[45].

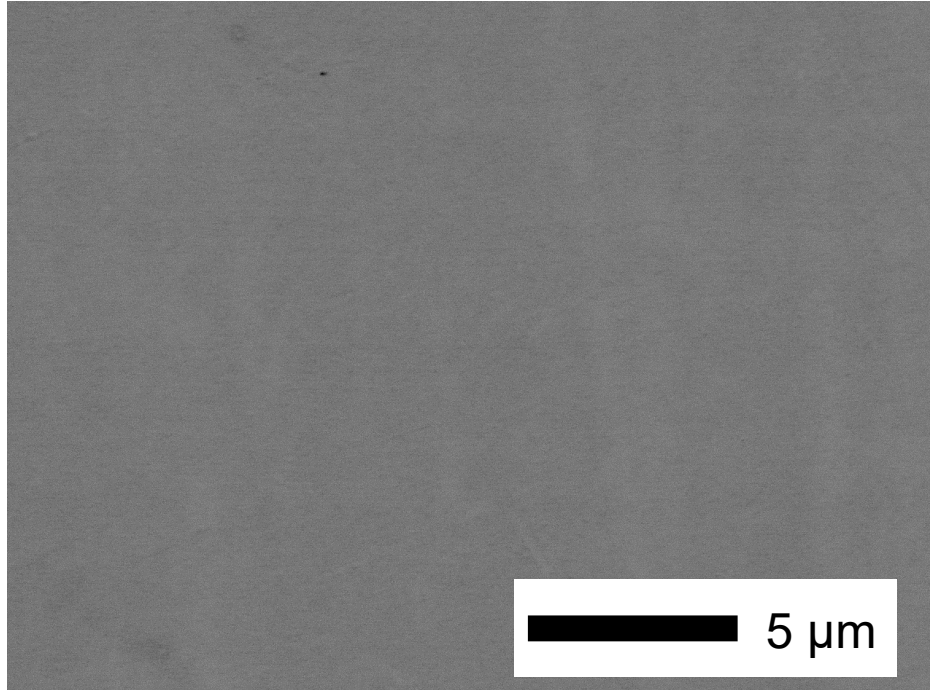


Fig. 2.2.1.4 BSE images of Cu-Al-Mn SMA samples after 150 °C 120 min ageing.

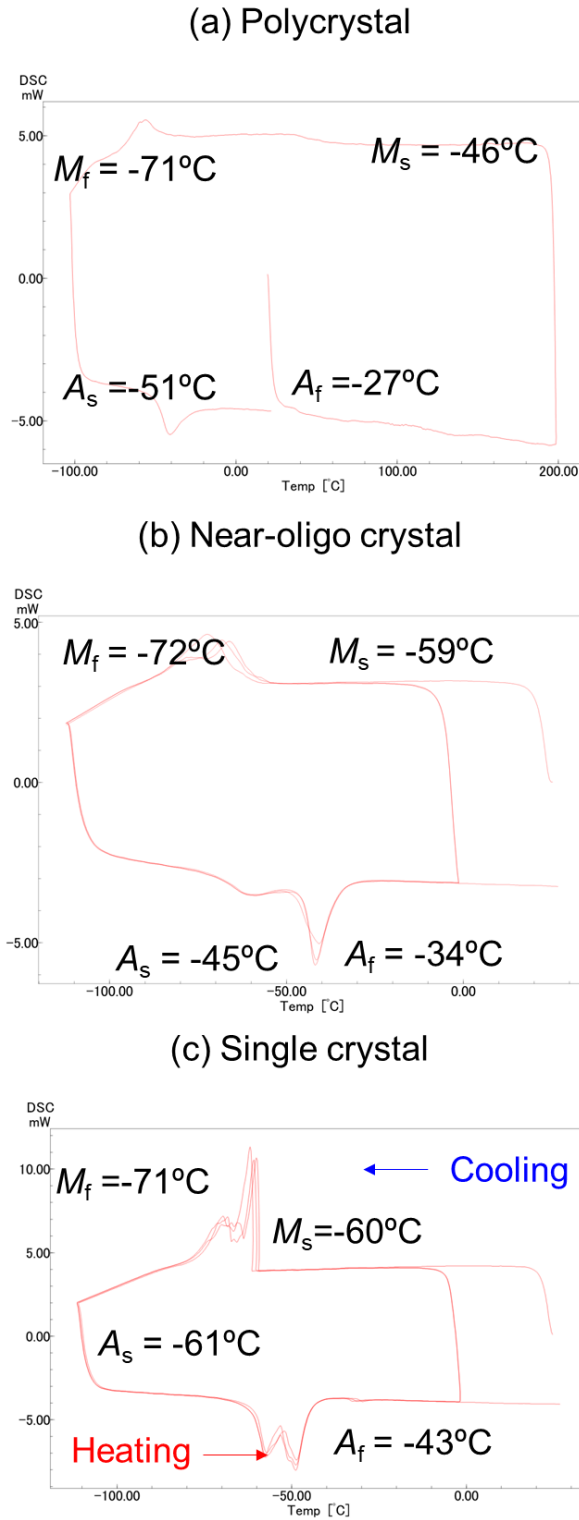


Fig. 2.2.1.5 Transformation temperature of Cu-Al-Mn SMA (a) Polycrystalline (b) Near-oligo crystal (c) Single-crystal samples obtained by DSC.

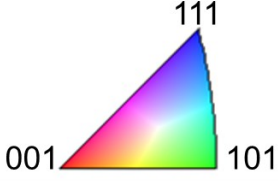
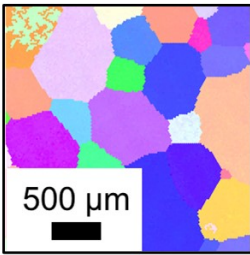
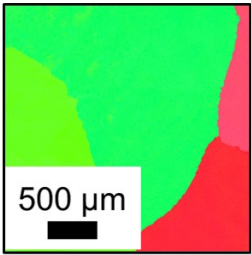
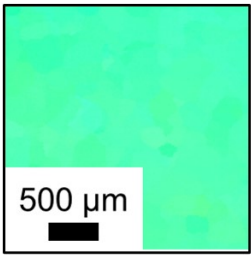
Sample	Polycrystal	Near-oligo crystal	Single crystal
D	0.5 mm	≥ 2 mm	-
IPF of β phase 			

Fig. 2.2.1.6 Inverse pole figure (IPF) and orientation image maps of β phase in the tensile loading direction of polycrystal, near-oligo crystal and single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples.

2.2.2 試験片形状

引張試験片は板厚 1 mm, ゲージ長さ 16 mm, ゲージ幅 5 mm のドックボーン形状に放電加工機を用いて切り出した。試験片形状の二次元図を Fig.2.2.2 に示す。切り出し後試験片はエッチングを施した後に板厚とゲージ幅を 3 点測定し、板幅とゲージ幅に偏りが無いことを確かめた。

圧縮試験は座屈を防ぐため $9 \times 9 \times 9 \text{ mm}^3$ の立方体形状で行った。

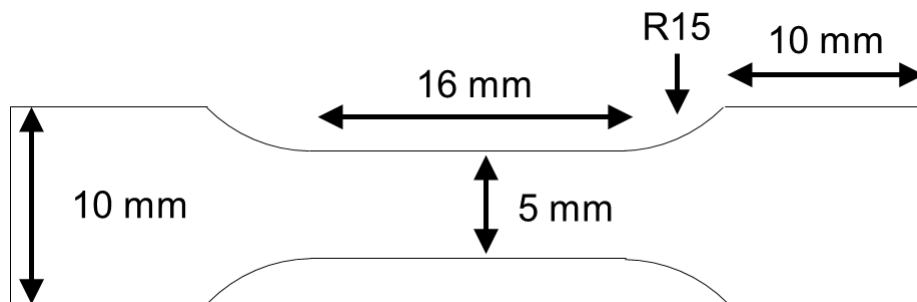


Fig. 2.2.2 Specimen shape of uniaxial tensile test.

2.2.3 試験方法

引張試験は島津製作所製 Autograph を用いて室温で行った。ひずみは非接触伸び幅計 (TR-view X) を用いて測定した。引張速度は 0.1125 mm/min とし、ひずみ速度が 2.5×10^{-4} [1/s] となるように設定した。圧縮試験においても試験装置や試験温度、圧縮速度は同様である。しかし、試験片のゲージ部が小さいため、非接触伸び幅計では十分な 2 点を取ることができず、正確なひずみ測定が行えない。そのためひずみは大ひずみゲージを用いて測定した。Cu-based SMA はひずみ速度依存性があるため、Yin らの研究ではひずみ速度が遅くなるにつれて変態誘起応力が緩やかになることが分かっている[48]。この研究結果から引張速度を選定した。

1st cycle は引張試験を開始して、マルテンサイト変態が終了し、マルテンサイトの弾性変形領域に達したところで応力を除荷し、荷重が 10 N 程度になったところで 2nd cycle を開始し、破断するまで引っ張った。圧縮試験においては変態誘起応力のみ測定した。

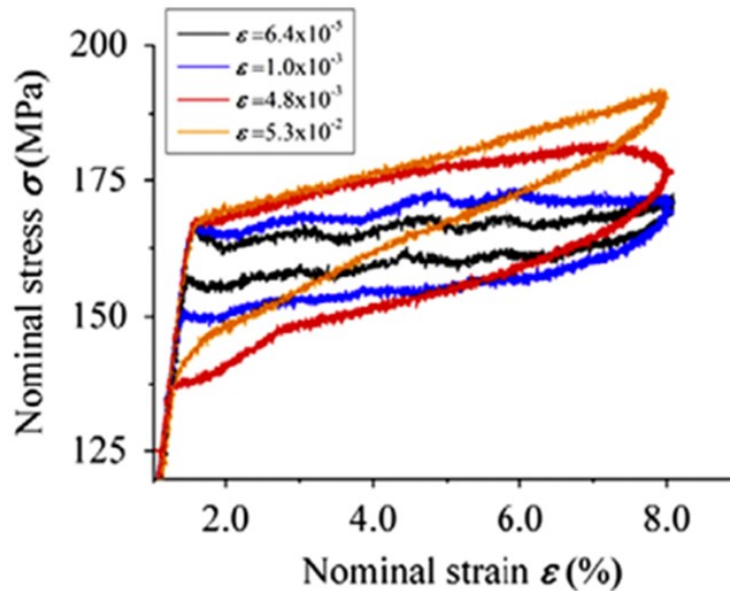


Fig. 2.2.3 Strain rate effect of Cu-Al-Ni SMA[48].

2.3 試験結果

Fig.2.3.1 に各結晶粒径における 1st cycle の引張試験結果を示す。

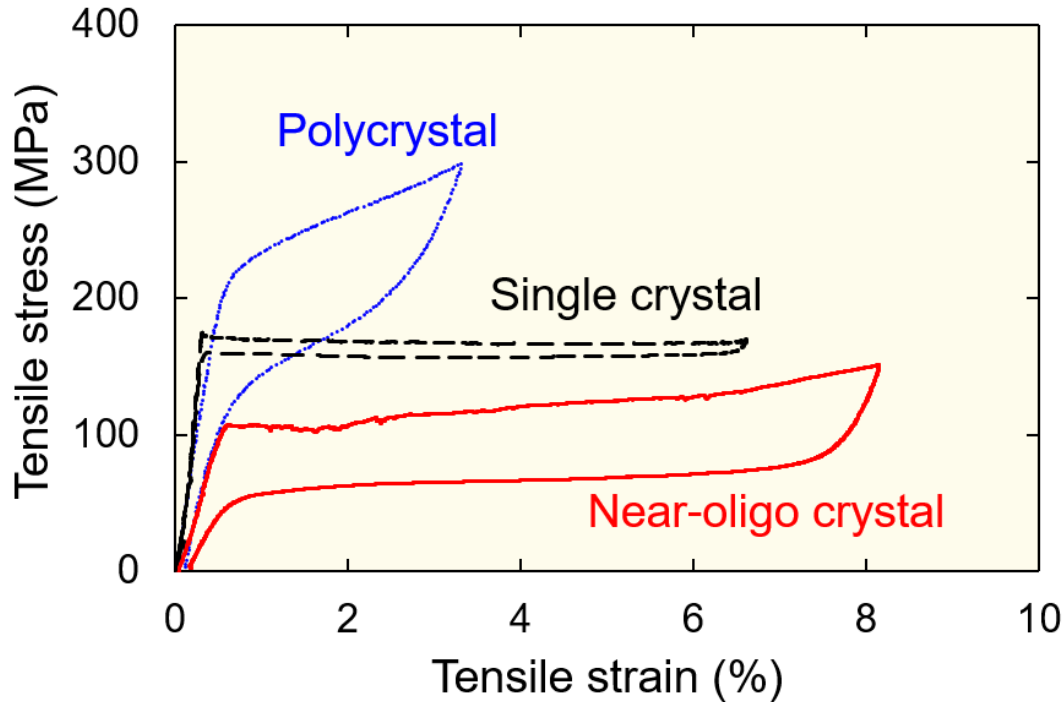


Fig. 2.3.1 Stress-strain curves of polycrystalline, near-oligo crystal and single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples obtained within their respective transformation strains by uniaxial tensile tests at RT.

変態誘起応力は多結晶，単結晶，粗大粒材の順に高く，変態ひずみは粗大粒，単結晶，多結晶材の順に大きかった。負荷除荷による応力ヒステリシスは多結晶，粗大粒，単結晶材の順に大きかった。

引張試験，圧縮試験によって得られた材料特性を Table. 2.3 に，材料特性の定義を Fig. 2. 3. 2 に示す。 σ , ϵ , E はそれぞれ応力，ひずみ，剛性を示す。 t , c , L , U , SE , P , $i = 1, 2$ はそれぞれ引張，圧縮，負荷，除荷，超弾性，圧縮，塑性，塑性ひずみにおけるそれぞれの点を示している。 $i = 1$ は降伏応力地点を示す。材料特性は弾性域 (EI)，超弾性域 (SE)，塑性域 (P) に分類される。

圧縮においても変態誘起応力は多結晶，単結晶，粗大粒材の順に高かった。圧縮における変態誘起応力はどの粒径においても引張の変態誘起応力よりも大きかった。このような Cu-based SMA の引張と圧縮における変態誘起応力の違いは引張と圧縮では荷重負荷方向で出てくるバリエーションが異なるからである[4,18,49,50]。

Table 2.3 Experimental tensile and compressive properties of polycrystalline, near-oligo crystal and single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples at RT inputted in FE analysis.

Material properties												
	σ_{tL}^S (MPa)	σ_{tL}^E (MPa)	σ_{tU}^S (MPa)	σ_{tU}^E (MPa)	ε_{SE} (-)	σ_{cL}^S (MPa)	E_A (MPa)	E_M (MPa)	σ_1^P (MPa)	ε_1 (-)	σ_2^P (MPa)	ε_2 (-)
Poly crystal	215	298	202	116	0.019	281	37274	20913	298	0.034	384	0.054
Near- oligo crystal	107	150	79	51	0.078	329	31666	10430	267	0.11	274	0.12
Single crystal	170	172	160	152	0.055	418	39849	15418	717	0.084	758	0.17

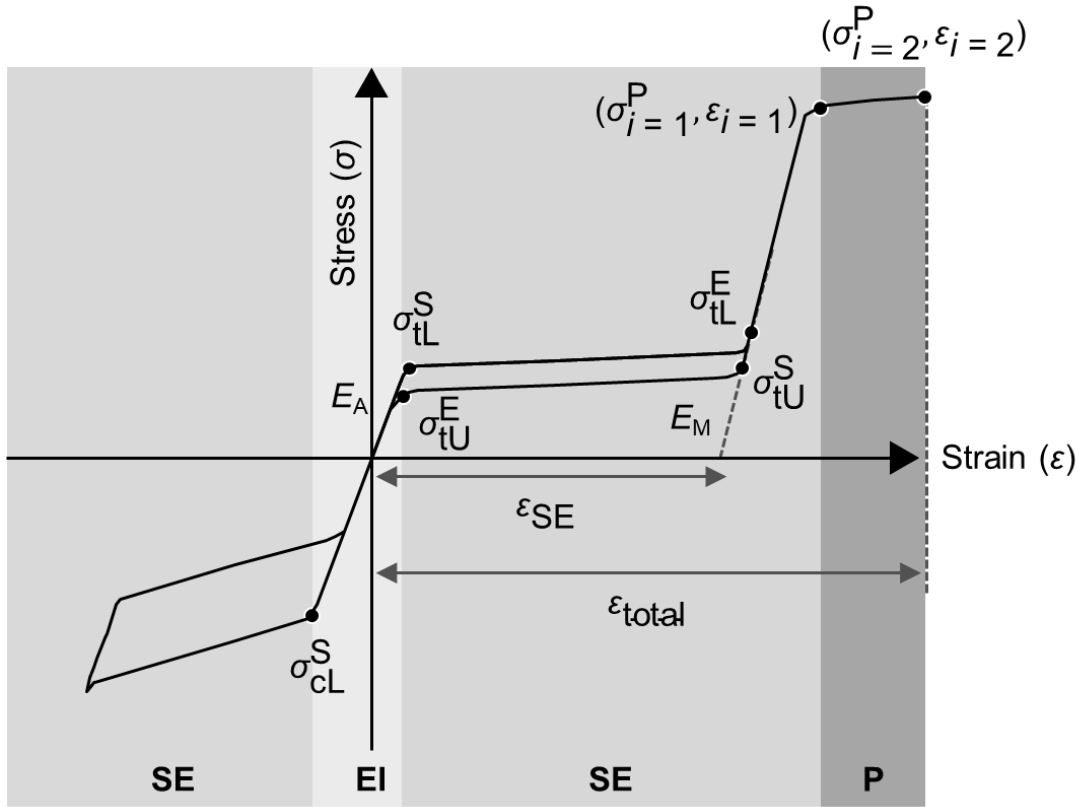


Fig. 2.3.2 Default stress-strain curves in compression and tension of superelasticity model in ABAQUS; they are characterized into elastic (EI), superelastic (SE) and plastic (P) regions. Here, σ , ϵ and E denote stress, strain, and modulus, respectively. Subscripts t, c, L, U, SE, P, $i = 1$ and $i = 2$ denote tension, compression, loading, unloading, superelastic, compressive, plastic, the initial and subsequent points of plastic region, respectively.

2.4 考察

多結晶材と粗大粒材を比べると、多結晶材よりも粗大粒材の方が変態ひずみは大きくなり、変態誘起応力は低くなる。これは粒界の個数に起因する。Sutou ら[16]の研究では粒径が大きくなると粒同士の拘束が弱まることで変態ひずみが大きくなり、変態誘起応力が低くなることが知られている。粒同士の拘束が弱まることによって個々の粒が変形することができるため、変形の自由度を高めることができる。今回、多結晶の粒径は3次的に拘束されているが、粗大粒材になると粒径が板厚より大きいため2次元拘束となり、粒同士の拘束が少なくなっていることがわかる。

粗大粒材と単結晶材を比べると単結晶材の方が粒径は大きいにも拘わらず、粗大粒材の方が変態ひずみは大きく変態誘起応力が低い。Cu-based SMA は結晶方位依存性があり、ある程度粒が大きくなると結晶粒径の影響よりも結晶方位の影響の方が支配的になる[51]。Cu-Al-Mn SMA の変態ひずみは<001>方位に近づくほど大きくなり、<111>方位に近づくほど小さくなる (Fig.2.4)。今回使用した粗大粒材の結晶方位は<101>付近 (変態ひずみ 7~8 %) と<001>付近 (変態ひずみ 10 %) であるのに対し、単結晶材の結晶方位は<101>付近 5~6 %程度となり、粗大粒材の方が結晶方位における変態ひずみが大きい。実験結果はこの理論とも一致する。結果 3 つの粒を比べると結晶粒径がある程度大きくて<001>に近い結晶方位を有するものが大きな変態ひずみで低い変態誘起応力となるといえる。

一方、応力ヒステリシスは結晶粒径のみに依存する。これは結晶粒径が大きくなるにつれて粒の自由度が高くなることで変態が一気に進むからである。Ortin らの研究では単結晶材は一つの境界面しか持たないのに対し、多結晶材は多数の境界面を持つためヒステリシスが增大することが分かっている[52]。

展開ラジエータは変態誘起応力、変態ひずみ、応力ヒステリシスがそれぞれ出力荷重、サイクル特性 (残留ひずみ)、温度追従性に関わるため、全てを考慮する必要がある。本研究では室温での評価を行っているため、主に出力荷重、残留ひずみ、サイクル特性に注目することとする。

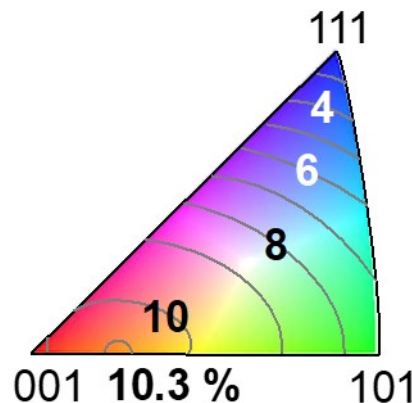


Fig. 2.4 Relationship between orientation of loading direction and transformation strain[14].

2.5 結論

本論では多結晶材，粗大粒材，単結晶材における引張，圧縮試験を行い，以下の結論を得た。

1. 引張，圧縮における変態誘起応力，変態ひずみは結晶粒径と結晶方位に依存し，粒が多結晶材から粗大粒材程度までは結晶粒径に依存，粒径が粗大粒材程度まで大きくなると，結晶方位の方が結晶粒径よりも支配的となる。
2. どの粒径においても圧縮における変態誘起応力の方が引張における変態誘起応力よりも高い。
3. 負荷除荷間の応力ヒステリシスは結晶粒径のみに依存する。

3. 粗大粒材における非対称曲げ変形

3.1 序論

現在、粗大粒材 (Near-oligo crystal) における引張、圧縮試験においては Ueland ら[53]や Liu ら[54]によって研究されているが局所的軸方向曲げにおいての研究はなされていない。引張や圧縮では個々の粒が粒の持つ結晶方位の有する変態誘起応力に達すると変態し、ひずみを発生する。この点は曲げにおいても同じであるが、局所的軸方向曲げでは引張、圧縮に比べて局所的に応力集中が大きくなることが引張、圧縮とは異なる。とりわけ Cu-based SMA においては曲げ部分の結晶方位にのみ強く依存するなど従来の研究では解明されていない点がある。本章では粗大粒材における局所的軸方向曲げを有限要素解析によって模擬し、粗大粒材の大変形曲げの特徴を明らかにする。

3.2 解析方法

3.2.1 解析モデル形状

粗大粒材のモデルを Fig.3.2.1 に示す。形状は曲げ長さ 70 mm, 幅 4 mm, 板厚 1 mm であり, その試験片内を 3 つの粒に分割した。粒 1, 2 はそれぞれ第 2 章で得られた粗大粒材, 単結晶材の材料特性を用いている (Table. 1)。グリップの有無による影響はないためグリップ部を含めないモデルとした。グリップ部を含めた純アルミニウムの解析結果は 4 章で述べることとする。

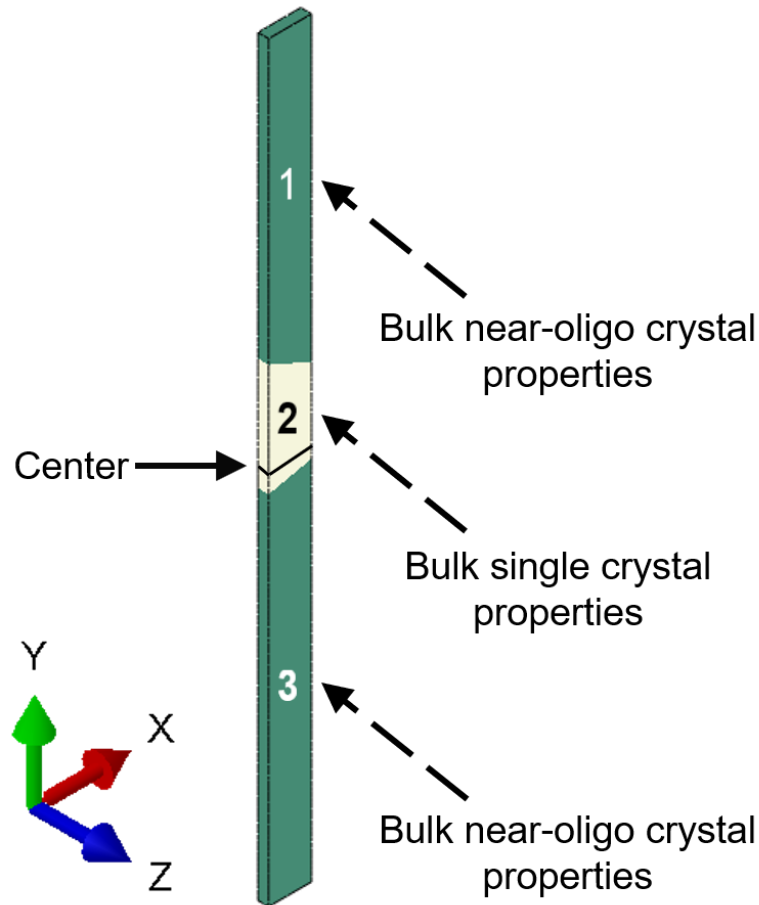


Fig. 3.2.1 FE model of gauge section in a fictitious tri-crystal Cu-Al-Mn SMA sample inputted with the bulk material properties of near-oligo crystal and single-crystal samples in grains '1' and '2', respectively.

3.2.2 解析手法

ABAQUS2021 を用いて陰解法解析 (Dynamic Implicit) を行った。モデルは Solid 形状であり要素は C3D8R とした。準静的で解析を行った。この解析は座屈挙動、座屈後挙動解析である。ABAQUS で試験片を軸方向すなわち Fig.3.2.1 における Y 軸において負の変位を加えると細長比に関わらず、圧縮となる。座屈を解析するため Fig. 3.2.2 に示すような解析を行った。このモデルは Cho らの解析方法を参照した[55]。境界条件は Fig. 3.2.2 (a) に示す。まず、Step 1 で Z 方向の変位を加え、試験片の座屈を模擬する。ここで Z 方向の変位の大きさは変形が起こる微小変位とする。Step-2 では Step-1 で加えた Z 方向の変位を除去し、Y 方向に -47.5 mm 圧縮させる。最後に、Step 3 で変位 0 mm までの除荷を行う。解析中ではひずみエネルギーの変化に基づいて応力が算出される。

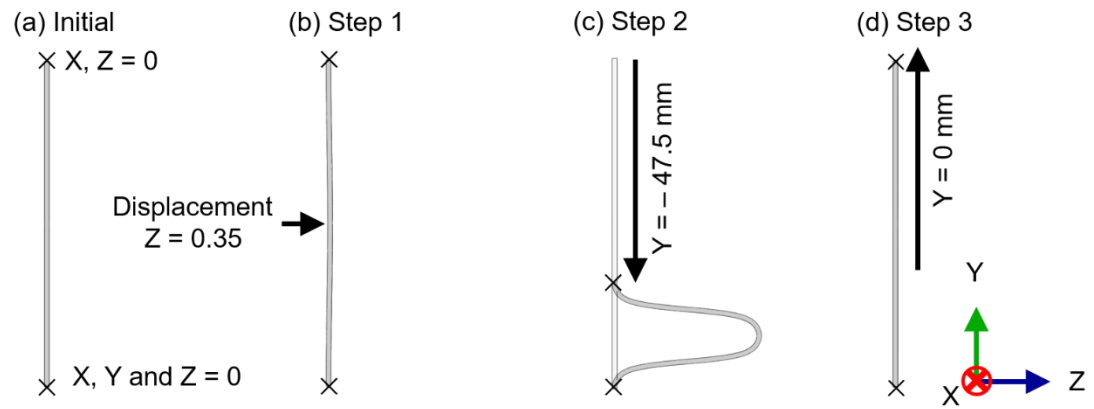


Fig. 3.2.2 Boundary conditions applied in the FE model to simulate the 1st cycle of axial bending.

3.3 結果

3つの粒で構成される粗大粒材の解析結果を Fig. 3.3 に示す。(c1)には軸方向のセンターラインを示す。試験片は非対称変形を示した (Fig. 3.3 (c1))。試験片の応力分布をみると、試験片の幅方向、軸方向ともに非対称な分布となっており、2つの粒界付近で応力集中が起こっていることがわかる (Fig. 3.3 (b, c2))。とりわけ曲げ変形中央部分に近い部分では応力集中が大きい。粒界で応力集中が起こるのは Ueland らによっても示されている [40,53,54]。しかしながら、大変形曲げのような曲げ変形におけるメカニズムはまだ解明されていない。

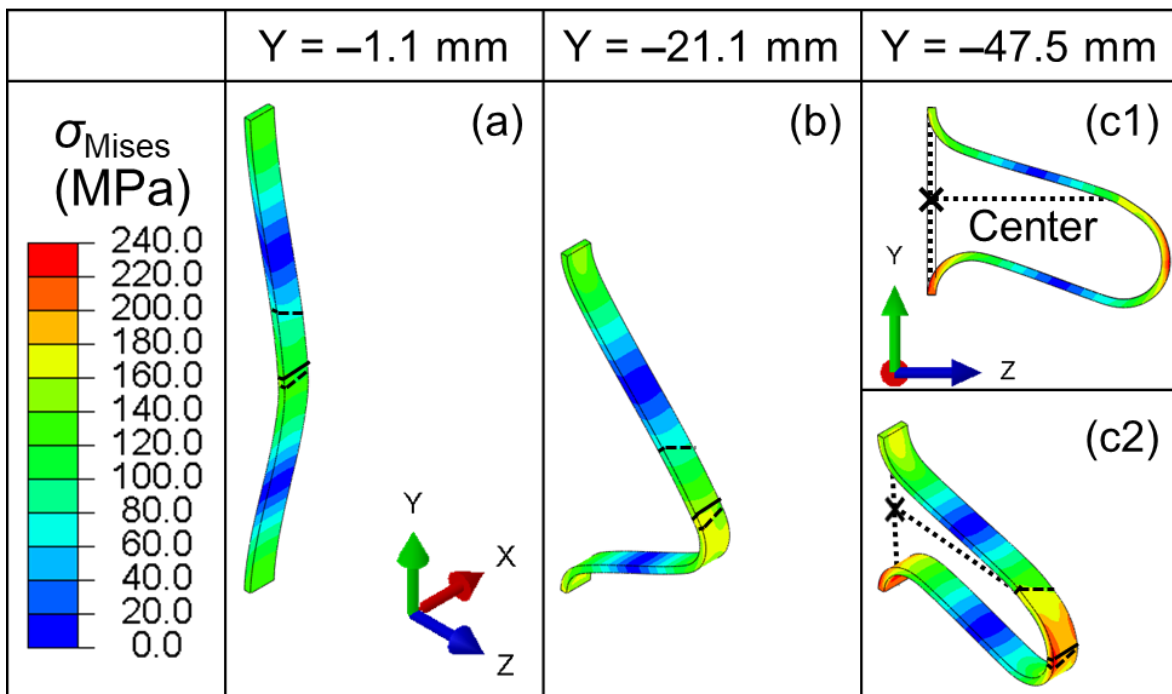


Fig. 3.3 FE model of gauge section in a fictitious tri-crystal Cu-Al-Mn SMA sample inputted with the bulk material properties of near-oligo crystal and single-crystal samples FE-analyzed von Mises stress contours after loaded down to (a) -1.1 mm, (b) -21.1 mm (c) -47.5 mm during axial bending.

3.4 考察

3つの粒で構成される粗大粒材のマルテンサイト体積率 (MVF), 塑性ひずみの変位分布を Fig.3.4 に示す。初期変位では試験片の中央に最も近い粒界に接する粒2つのうち, 変態誘起応力が低いもの, すなわち粒3 (粗大粒材の材料特性) がはじめに変態する (Fig. 3.4 (a))。その後, 粒3のマルテンサイト変態が完了し, マルテンサイトの弾性域を経て降伏応力に達し塑性変形が始まる。塑性変形が始まってくると今度は中央の粒である粒2 (単結晶材の材料特性) が変態誘起応力に達してマルテンサイト変態を開始する。この時, 粒2の変態時の剛性は粒1の塑性領域における剛性よりも低いため, 粒2のマルテンサイト変態が粒3の塑性変形よりも優先的に起こる (Fig. 3.4 (e))。上部の粒界においても, 変態誘起応力が低いもの, 粒1 (粗大粒材の材料特性) がはじめに変態する。この現象はこのモデルに限ったことではなく, 変態誘起応力に達してみかけの剛性の低くなった粒が優先的に変態する。3つの粒の方位がほとんど同じ場合すなわち材料特性が3つの粒で変わらない場合は単一材料解析と似た挙動を示す。多結晶材において粒界付近から変態が始まるのは Kato らによって示されている[56]。

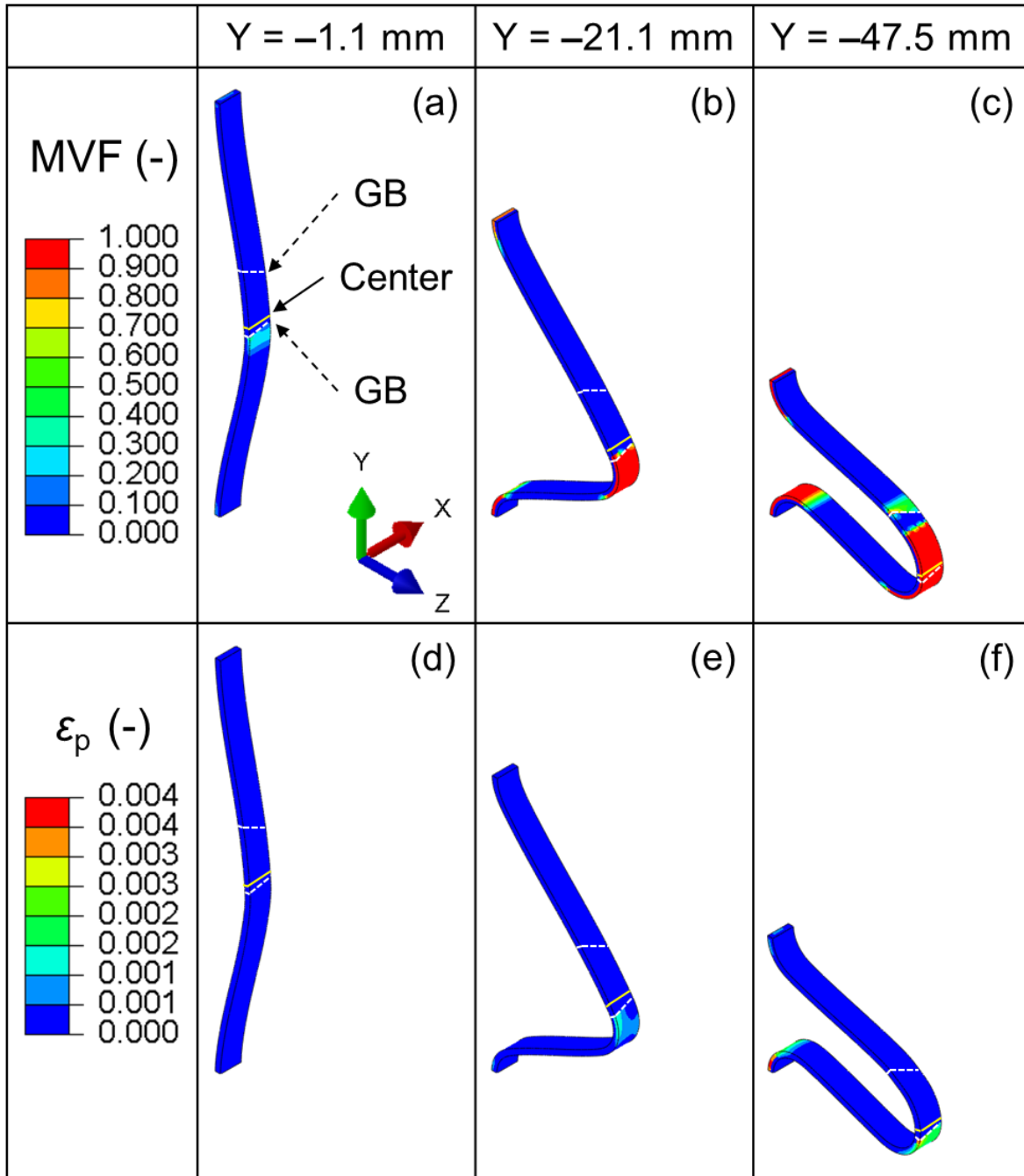


Fig. 3.4 Evolutions of (a—c) martensite volume fraction and (d—f) equivalent plastic strain in a FE-simulated fictitious tri-crystal Cu-Al-Mn SMA sample (cf. Fig. 3.3) when loaded to different displacements during axial bending. Solid line in the FE model indicates the center of position, whereas dotted lines indicate the grain boundaries (GB).

3.5 結論

本章では 3 つの粒から構成された粗大粒材による有限要素解析を行い、以下の結論を得た。

粗大粒材では、粒界に応力集中が起こるために非対称変形を示す。変形メカニズムとしては、局所変形部の中央部あるいはグリップ部にある粒界付近で一番変態誘起応力が低いものから変態する。その後、局所変形部にある粒が次々と変態誘起応力に達し、材料のみかけの剛性が変化するとわかった。

4. 繰り返し大変形曲げにおける結晶粒径の影響

4.1 序論

現在、単結晶 Cu-Al-Mn SMA の引張や圧縮における繰り返し特性は Kato らなどによって研究されている[4,57]。彼らの研究では結晶粒径が増加すると転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留により変態ひずみが減少することが知られている (Fig. 4.1)。しかしながら、Cu-Al-Mn SMA の曲げ変形における疲労特性は研究されていない。曲げは引張と圧縮の複合挙動であるため、引張の結果からは曲げ試験結果を予測出来ない。さらに SMA の座屈、座屈後挙動における先行研究においても繰り返し軸方向曲げにおける疲労は議論されていない。さらに、先行研究における軸方向の変位は試験片長さの20%未満と大変形曲げよりも変形負荷が少ないため、大変形における試験片の挙動は明らかではない。

本研究では軸方向曲げにおける結晶粒径の影響や疲労特性を明らかにする。さらに4章aに有限要素解析の信頼性について言及し、4章bでは軸方向曲げに変態ひずみや降伏応力の及ぼす影響を明らかにする。

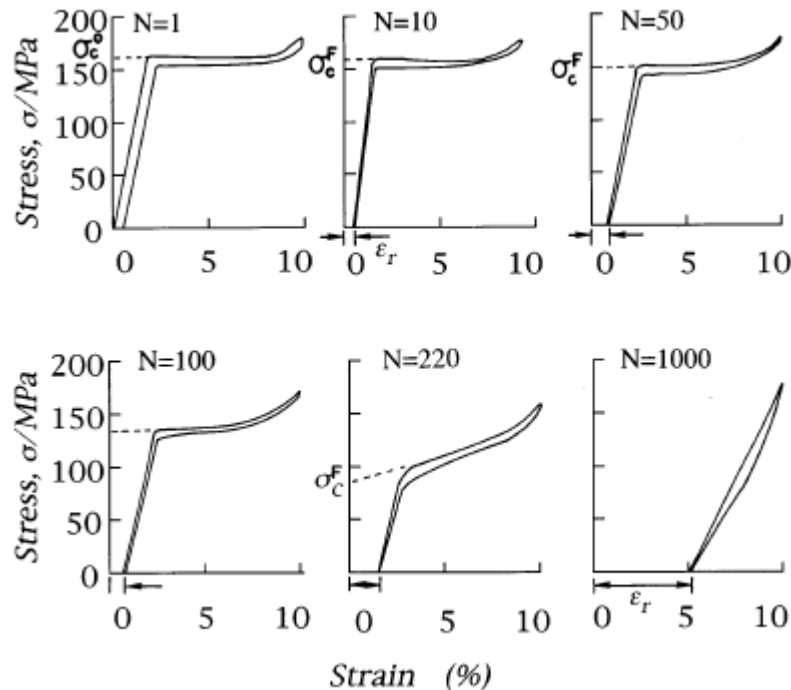


Fig. 4.1 Cyclic stress-strain curve of single crystal Cu-Al-Mn SMA in tension by kato.et.al[4].

4.2 実験方法

4.2.1 熱処理方法

熱処理は2章に示す方法と同様である。

4.2.2 試験片形状

試験片形状は $4 \times 1 \text{ mm}^2$ の断面で曲げ長さ 70 mm, グリップで挟む部分を含めた試験片長さは 90 mm である。試験片の熱処理後, エッチングした試験片の光学顕微鏡写真を Fig. 4.2.2.1 に示す。この図からも多結晶材と粗大粒材は粒が観察できる。また, 超弾性における大変形曲げの特性を明確にするために A1050 の純 Aluminum に対しても同様形状の試験片を用意した。純 Aluminum の試験片における応力ひずみ線を Fig. 4.2.2.2 に示す。純 Aluminum は変形時の加工硬化が少なく, プラトーに変形するため, SMA マルテンサイト時の挙動と似ている。このため軸方向曲げの比較が行いやすいこと, 塑性ひずみが大きいことため大変形曲げ途中で破断しないこと, 先行研究である Rahman らの研究においても比較材料として用いられていることから選定した。



Fig. 4.2.2.1 Optical photos of (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples prepared for axial bending.

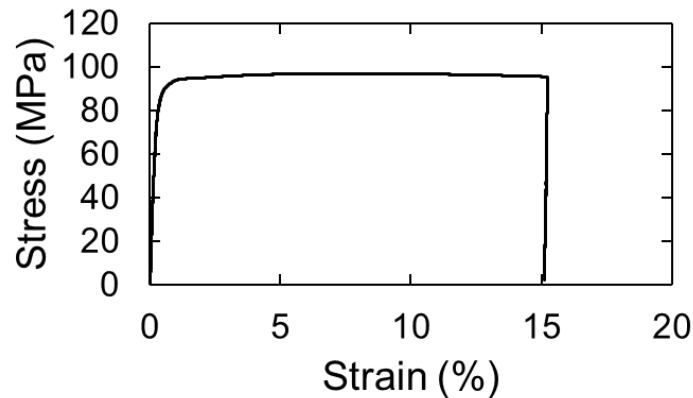


Fig. 4.2.2.2 Stress-strain curve of pure Aluminum.

4.2.3 試験方法

4.2.3.1 実験方法

試験機は SHIMADZU 社製の AUTOGRAPH を用いて圧縮方向への変位 d を 0~47.5 mm の間で 100 cycle 繰り返し圧縮させた。試験速度は 60 mm / min とした。純 Aluminum は 1 試験片のみで評価したが Cu-Al-Mn SMA に対して、試験本数は各粒径ごとに 2 本ずつ行った。試験片の破面は光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM: JEOL JSM-7100-F) を用いて観察した。また 1st cycle の曲げ形状をカメラで撮影した。

4.2.3.2 解析モデル形状

モデル形状は 3.2.1 と同じ曲げ長さ 70 mm, 幅 4 mm, 板厚 1 mm である。これに 2 章の Table 2.3 に示した材料特性を入れていく。多結晶材, 粗大粒材, 単結晶材の 3 つの解析モデルを作成した。Element サイズ, mesh サイズは 3.2.1 と同様である。また, グリップ部の有無による影響を考慮するために Fig. 4.2.2.2 から得られた純 Aluminum の引張特性をいれて曲げ長さ 70 mm, 幅 4 mm, 板厚 1 mm のグリップなしモデルと曲げ長さ 90 mm, 幅 4 mm, 板厚 1 mm のグリップありモデルによる比較を行った。

4.2.3.3 解析手法

解析手法は 3 章に示した方法と同様である。グリップ部ありの解析においてはグリップ部全体の境界条件とグリップなしの解析におけるの上面, 下面の拘束条件が一致するように拘束した。

4.3 試験結果

4.3.1 実験結果

4.3.1.1 純 Aluminum の荷重変位曲線

1st cycle における純 Aluminum の荷重変位曲線を Fig. 4.3.1.1 に示す。座屈荷重に達し座屈したのち試験片荷重はプラトーとなる。除荷をすると試験片の荷重は負（引張）となる。繰り返しサイクルをすると試験片は 12th cycle で破断した。

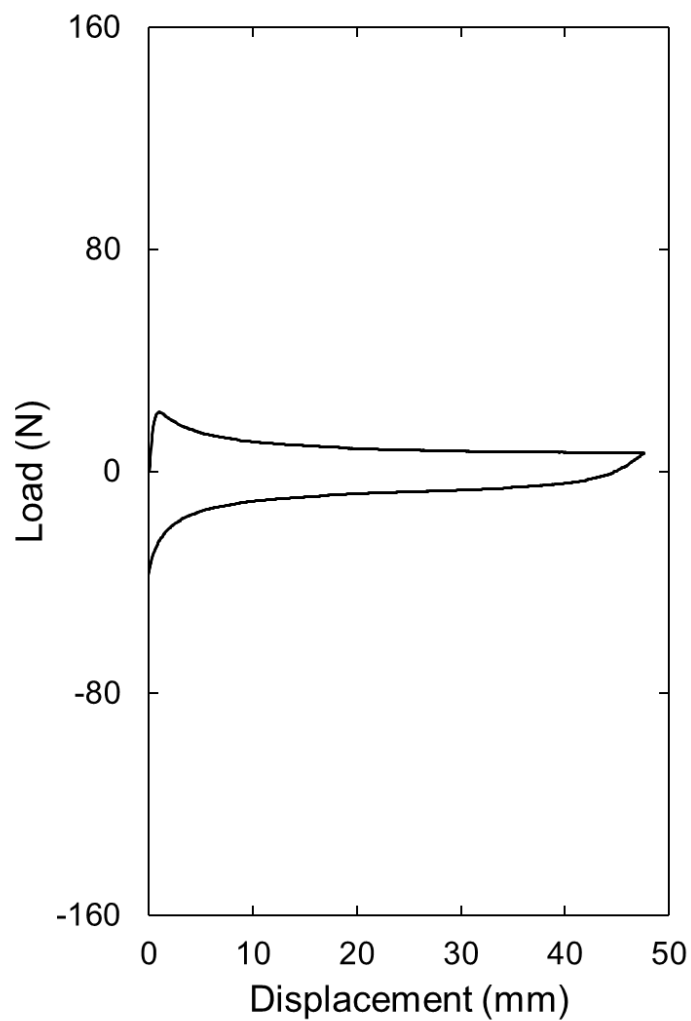


Fig. 4.3.1.1 Load-displacement curve of pure Aluminum in the 1st cycle of axial bending tests at RT.

4.3.1.2 結晶粒径の変化

多結晶材の一つは 100th cycle の中央部分で破断し、粗大粒材の一つは 82nd cycle のグリップ付近で破断した。その他の多結晶材、粗大粒材、そして全ての単結晶材は 100cycle 持続した。Fig. 4.3.1.2.1 に粗大粒材の板厚方向から見た全体の光学顕微鏡写真 (Fig. 4.3.1.2.1 (a), (b)) と断面の幅方向に水平な線における高さ分布を示した光学顕微鏡写真 (Fig. 4.3.1.2.1 (c), (d)) そして破面の SEM 画像 (Fig. 4.3.1.2.1 (e), (f)) を示す。多結晶材は粒界に沿って破壊が起きており、光学顕微鏡写真の高さ分布からも高さに差があることや、結晶粒のような形にそって破断が起きていることが分かる。また、SEM 画像 (Fig. 4.3.1.2.1 (e)) からぎへき開が観察できる。

一方で、粗大粒材の光学顕微鏡による軸方向への高さ分布では多結晶材に比べて高低差が見られなかった。さらに SEM 画像からは Dimple が伸びたようなものが観察された。さらに、破断しなかった試験片の 100 cycle 後の中央部を SEM により観察した結果、マルテンサイトの残留が確認された (Fig. 4.3.1.2.2)。

Fig. 4.3.1.2.3 に各粒径における 1st, 2nd, 100th cycle の荷重変位曲線を示す。荷重変位曲線中に試験片の側面の模式図を要所要所で示してある。Fig. 4.3.1.2.4 に試験片の変位 23.5 mm と 47.5 mm における変形中の側面写真を示す。多結晶材 (Fig. 4.3.1.2.4(a)) と単結晶材 (Fig. 4.3.1.2.4(c)) は対象変形を示したが、粗大粒材 (Fig. 4.3.1.2.4(b)) は粒界付近で非対称に曲がり、下方向へ傾いた曲げ形状となった。Table 4.3.1.2 に Fig. 4.3.1.2.3 から算出した各粒径における 2 つの試験片における平均の座屈荷重、2 つの試験片における平均の座屈荷重を圧縮応力に換算したものを示す。全ての試験片において座屈応力は 2 章の実験で得られた圧縮試験における変態誘起応力よりも大きかった。1st cycle では荷重は直線的に増加した後座屈荷重に達し、荷重は低下しプラトーとなる。この荷重低下は試験片がマルテンサイト変態に達する前に座屈荷重に達するために起こる。今回の試験片の細長比は 242 であり、これは大きな細長比を有するといえる[41–43]。座屈後、試験片の荷重下がりの変位 25 mm あたりで安定したプラトーとなる。これは試験片の局所変形部において応力が変態誘起応力に達し、マルテンサイト変態が生じた後、中央部がある程度マルテンサイト相となったことに起因する。サイクル数増加に伴い、試験片の荷重（座屈荷重とプラトー荷重）は徐々に減少し、座屈荷重のような最大荷重は 20 cycle 程度で消える。1st cycle の除荷時に粗大粒材と単結晶材は元の変位である 0 mm に戻したときに荷重はほぼ 0 N であった。一方で、0 mm 変位に戻るまでに多結晶材は負の荷重（引張方向の荷重）を必要とした。

多結晶材は 3 つの粒径の試験片の中で全体的な荷重が高かった。ここでいう全体的な荷重とは座屈荷重と座屈後荷重のことを指す。負荷と除荷における荷重ヒステリシスにおいては多結晶、粗大粒材、単結晶材の順に大きかった。

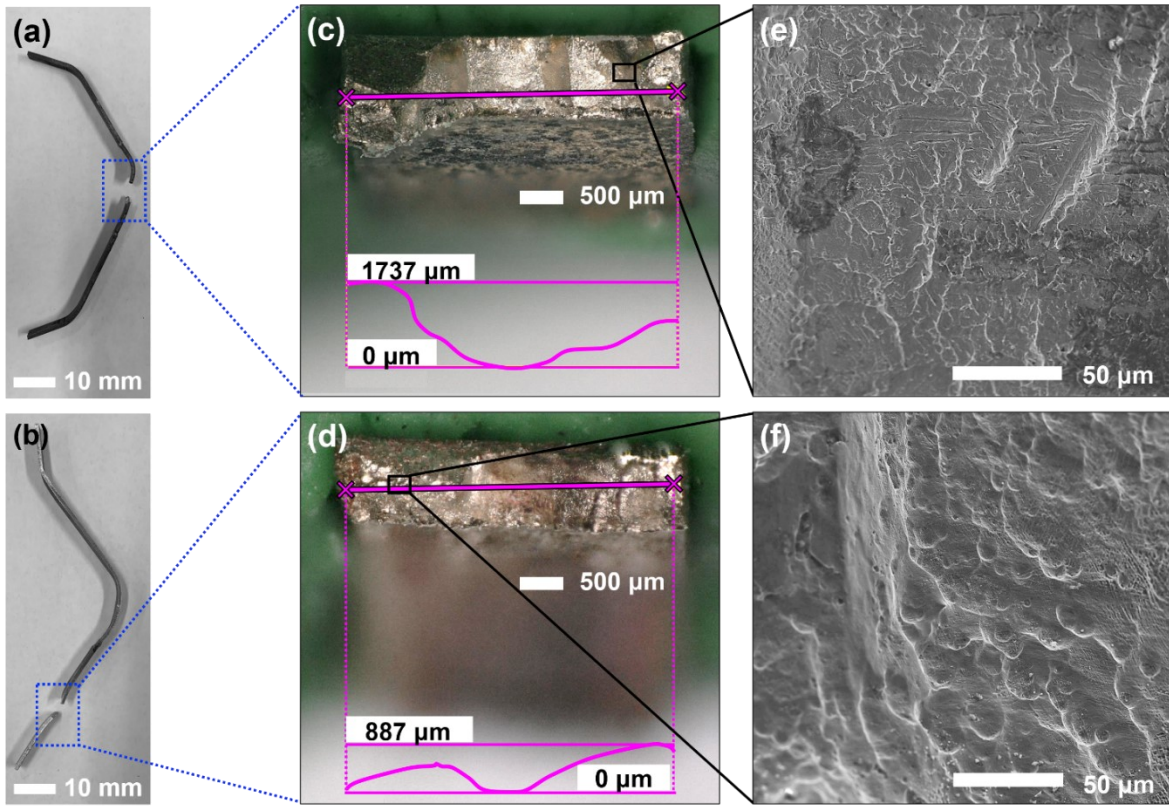


Fig. 4.3.1.2.1 Optical photos observed from the thickness direction of (a) polycrystalline sample which fractured in the 100th cycle and (b) near-oligo crystal sample which fractured in the 82nd cycle during axial bending. (c, d) show the top views of fractured surfaces with height profiles along the horizontal lines. (e, f) show the magnified secondary electron image observed from the framed areas in (c, d).

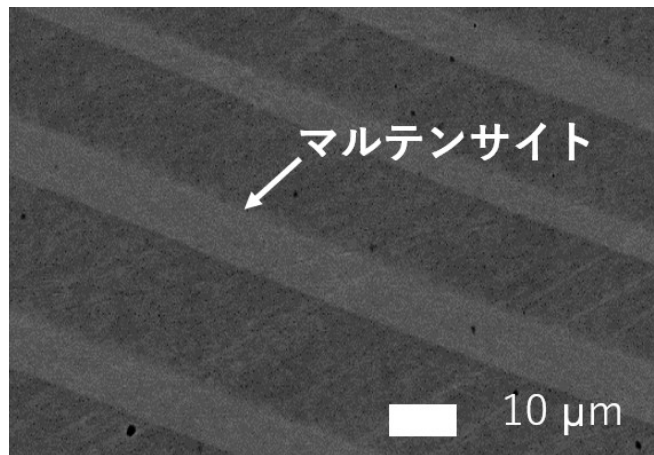


Fig. 4.3.1.2.2 BSE image of residual martensite in 1.0-mm thick sample after 100 cycles of axial bending.

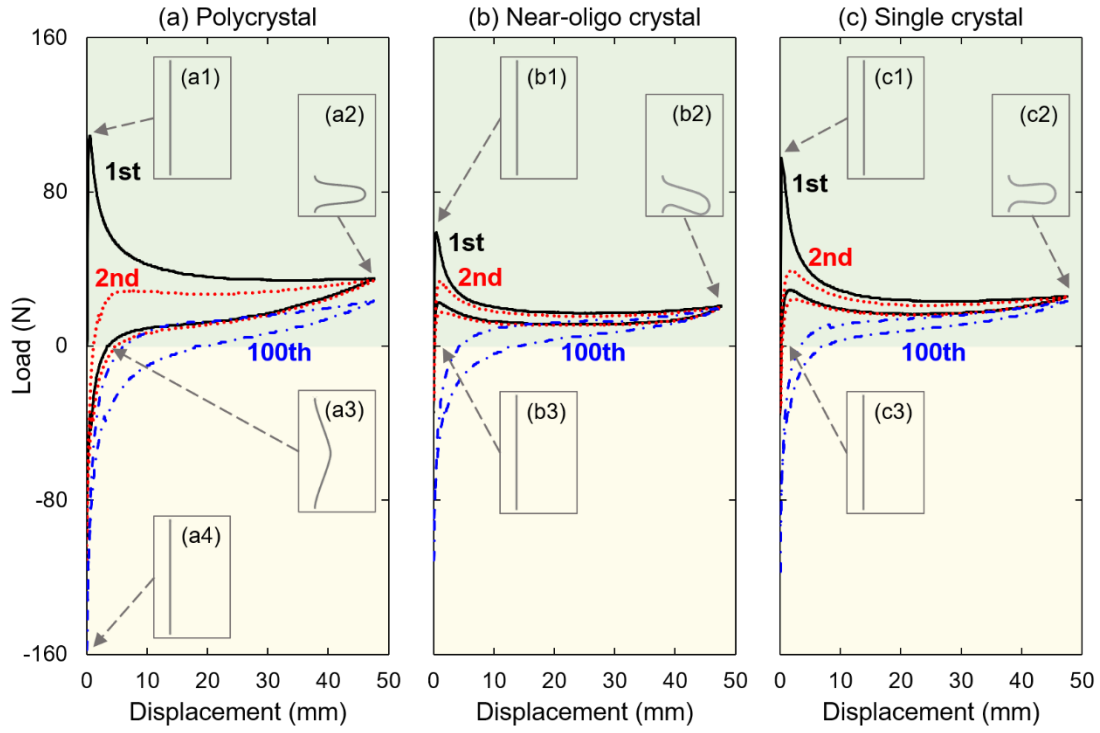


Fig. 4.3.1.2.3 Load-displacement curves of (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples in the 1st, 2nd, and last cycle of axial bending tests at RT; side views of deformed sample at different displacements in (a–c) are schematically illustrated in the insets.

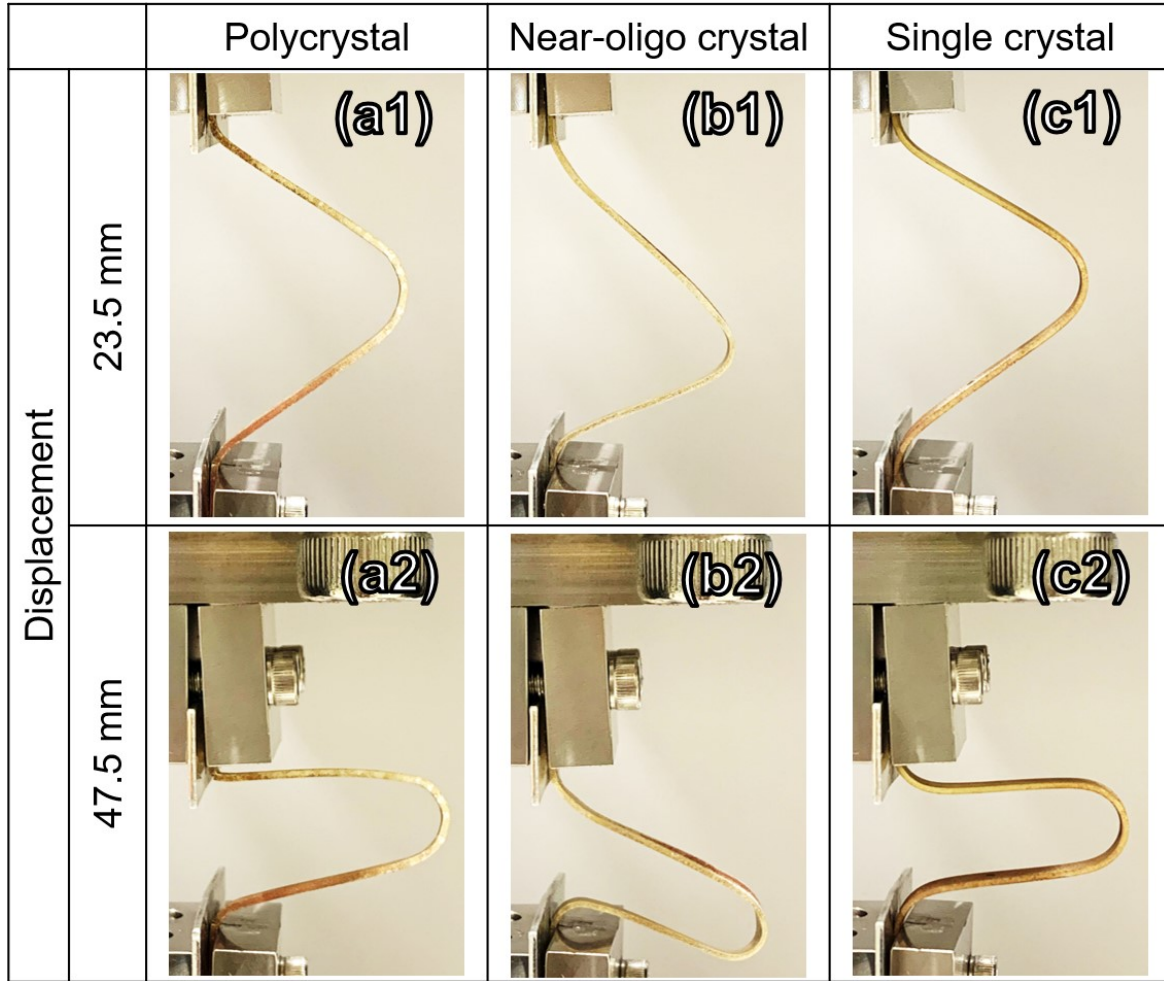


Fig. 4.3.1.2.4 Optical photos of side views of deformed (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples during loading in the 1st cycle of axial bending.

Table 4.3.1.2 Maximum loads and corresponding stresses at instability point of polycrystalline, near-oligo crystal and single-crystal samples during the 1st cycle of axial bending (cf. Fig. 4.3.1.2.3 (a—c)). The experimentally obtained compressive transformation stresses of bulk Cu-Al-Mn SMA samples (cf. Table 2.3) are listed for comparison.

	Polycrystal	Near-oligo crystal	Single crystal
Load at instability point (N)	27	17	24
Stress at instability point (MPa)	108	67	97
Compressive transformation stress (MPa) (cf. Table 1)	281	329	418

4.3.2 解析結果

Fig. 4.3.2.1 に純 Aluminum における 1st cycle 変位 -47.5 mm のグリップあり（試験片長さ 90 mm（曲げ長さ 70 mm，グリップ部上下各 10 mm）グリップなし（曲げ長さ 70 mm のみ）の解析における side view と全体の Mises 応力 (σ_{Mises}) 応力分布を示す。グリップ部に応力分布は起こらずグリップ有り無しで結果に変化はないためグリップなしで解析を今後行うものとする。

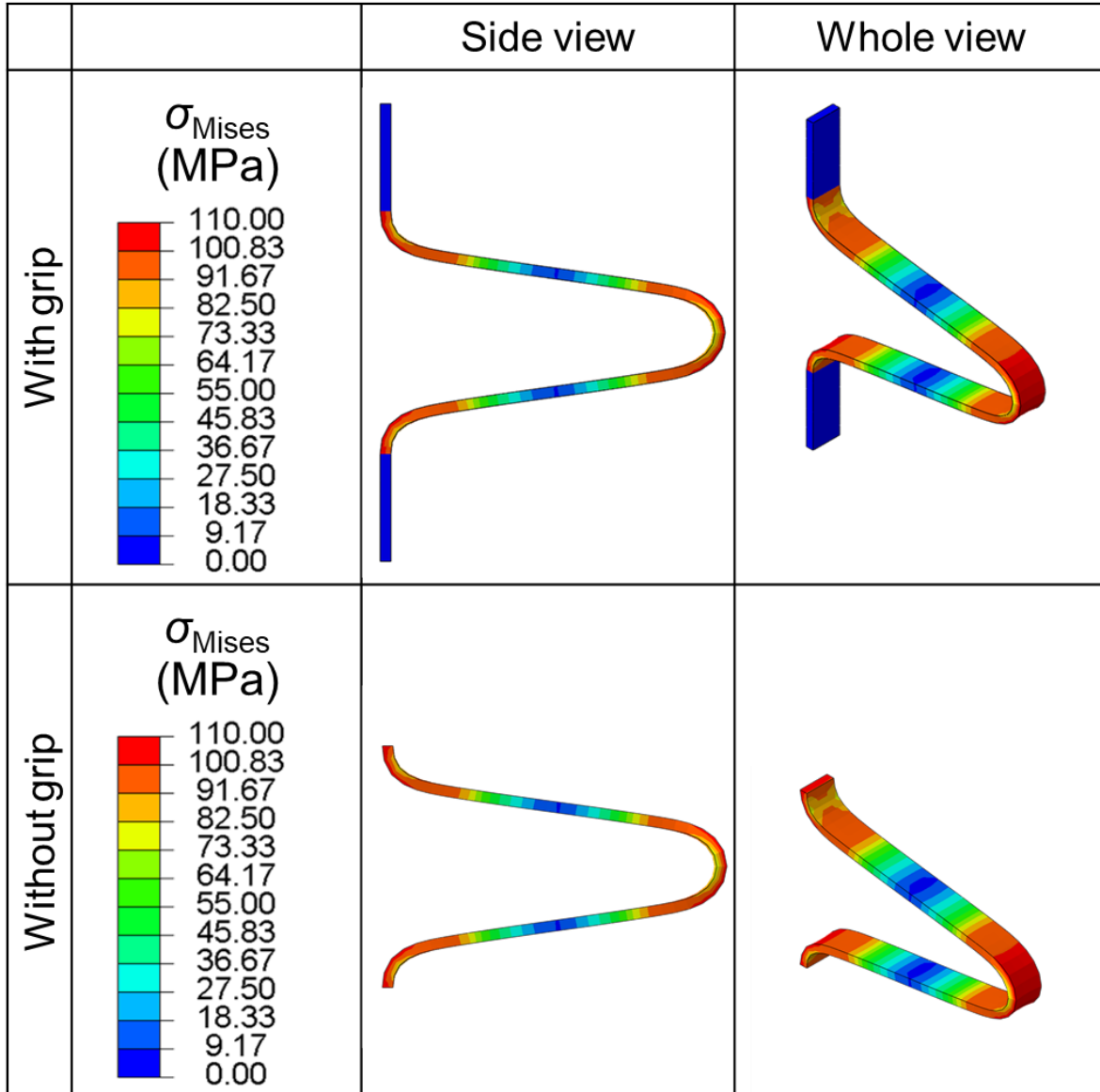


Fig. 4.3.2.1 Distributions of FE-analyzed von Mises stress (σ_{Mises}) in the samples when loaded down to -47.5 mm during axial bending. FE models of pure Aluminum.

Fig. 4.3.2.2 に各粒径における 1st cycle 変位 -47.5 mm の Mises 応力 (σ_{Mises}) と中央部の塑性ひずみ (ϵ_p) 分布を示す。(a)~(c)には軸方向のセンターラインを示す。

すべての有限要素解析モデルは対称変形を示し、応力集中は局所変形部であるグリップ部と中央部で起こった。塑性ひずみは多結晶材で最大 ($\epsilon_p = 19.5\%$)、次に粗大粒材 ($\epsilon_p = 4.3\%$)、最後に単結晶材 ($\epsilon_p = 1.1\%$) となった。Table 2.3 に示すように粗大粒材は3つの粒径の中で最大の変態ひずみ (7.8%) を有するが、単結晶材の降伏応力 (758 MPa) よりも低い降伏応力 (274 MPa) を持つ。これゆえ、単一材料特性を入れた大変形曲げのモデルでは粗大粒材は単結晶材よりも早く塑性変形を始める。

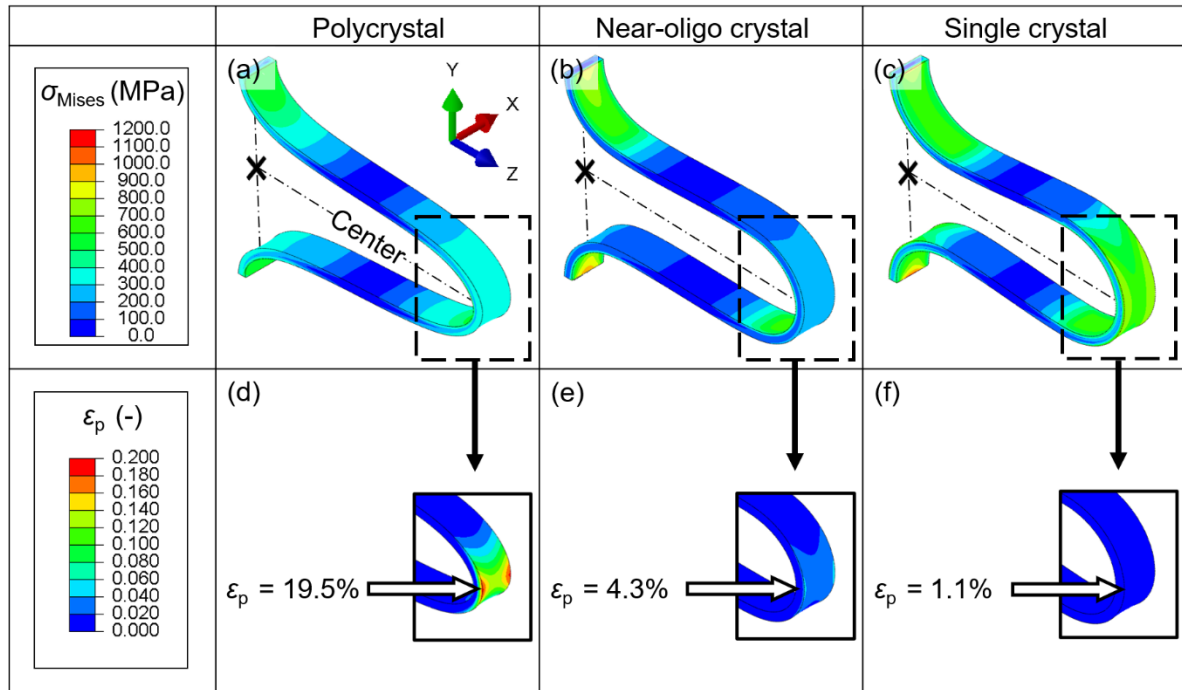


Fig. 4.3.2.2 Distributions of FE-analyzed von Mises stress (σ_{Mises}) and equivalent plastic strain (ϵ_p) in the samples when loaded down to -47.5 mm during axial bending. FE models of (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples were inputted with their respective bulk mechanical properties in the loading direction (cf. Table 2.3).

4.4 考察

純 Aluminum は SMA とは異なり除荷する際に除荷の初めから負の荷重を必要とする。純 Aluminum が負荷中に弾性変形後すぐに塑性変形が生じるため塑性ひずみの導入が大きい。塑性変形は永久ひずみであるため、試験片が曲がっている状態から元の状態に戻すためには外力が必要となるためである。一方 SMA は弾性変形の後から塑性変形までに可逆変態であるマルテンサイト変態とマルテンサイトの弾性変形が入り、応力除荷によって試験片は母相に戻るため、引張荷重を必要としない。このように SMA はほかの金属に比べて繰り返し大変形曲げに適しているといえる。

除荷中には、多結晶材は 0 N で元の変位 (0 mm) に達しなかった。これは多結晶材に塑性変形が生じており、0 mm 変位まで戻すには負の荷重すなわち引張荷重が必要となる。一方で粗大粒材と単結晶材においては負の荷重は必要なく、0 N で元の変位に達した。

Fig. 4.4.1 に残留変位とプラトー荷重の定義、Fig. 4.4.2 に多結晶材、粗大粒材、単結晶材における 20cycle ごとにおける残留変位とプラトー荷重 (曲げ変形荷重) の分布を示す。残留変位は荷重 0 N における、負荷除荷間における変位の差であり、これは試験片の残留ひずみを評価するために定義した。これは展開ラジエータにおける繰り返し挙動のひずみ回復率を見るものであり、残留変位が低いほど回復率が高いことを示している。残留変位 (Fig. 4.4.2 (a)) はサイクル数増加に伴い増加した。Kato ら[4]や Shrestha ら[58]は繰り返し引張一圧縮試験において転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留によって徐々に超弾性が失われることを示している。

プラトー荷重は負荷における変位 25 mm の荷重値とする。変位 25 mm での荷重と定義したのは、どの粒径でも変位 25 mm では試験片の荷重がプラトーとなるためである。

Fig. 4.4.3 に試験片の軸方向変位と荷重、試験片中央部におけるマルテンサイトの体積率 (MVF) の関係を示す。多結晶材、粗大粒材、単結晶材のすべての材料で試験片の荷重が比較的プラトーとなるとときに中央部が完全にマルテンサイトとなっていることが読み取れる。このことから試験片の中央部が完全にマルテンサイト変態することで曲げモーメントが変化し、試験片を曲げるのに抵抗する力が生じるからである。プラトー荷重は試験片の変態誘起応力に対応し、展開ラジエータを展開 (除荷時) や収納 (負荷時) の際の実出力荷重を意味する。プラトー荷重は 1st cycle から 20th cycle にかけて減少する。これは転位の蓄積によって回復を失った試験片は曲がった状態となり完全に座屈しなくなるためである。座屈荷重が 20th cycle 付近でなくなった後、プラトー荷重は比較的安定する。これは試験片がそれぞれの変態誘起応力の間で変態を始めるからである (Fig. 4.4.2 (b) のプラトー領域)。3 つの試験片の中で最も高い変態誘起応力を持つ多結晶材は全体的に一番高いプラトー荷重を示した。しかしながら、多結晶材は残留変位も試験片の中で最大であり、これは多結晶材の変態ひずみが低いことに起因する。この残留変位の結果は 1st cycle における有限要素解析においても最大の塑性ひずみを示したことによって証明されている (Fig. 4.3.2 (d))。破断した試験片は変態ひずみが小さいことや粒同士の変態ひずみが一致しないことによる応力集中が原因で粒界破壊したと考えられる[40,59]。粒界に応力集中が起こり、亀裂が入

りやすいことは Liu らの研究によっても示されている[60]。破断場所は試験片の応力集中が最も大きい中央部であった (Fig. 4.3.1.2.1 (a))。プラトー荷重は徐々に減少し、最終的には単結晶材のプラトー荷重よりも小さくなった。これは亀裂の進展を示唆している。亀裂の発生により剛性が低下するのは Huang らの Cu-Al-Mn SMA における室温の繰り返し3点曲げ試験によっても示されている[61]。

粗大粒材と単結晶材は多結晶材よりも低い変態誘起応力と大きな変態ひずみを持つことから小さな変態誘起応力と残留変位を示した。粗大粒材のプラトー荷重は最小であり、これはプラトー荷重が粗大粒材の局所曲げ部に位置する粒のうち、最小の変態誘起応力を持つ粒 (<001>方位 (Fig. 2.4)) に対応するためである。粗大粒材と単結晶材の大変形曲げにおける残留変位は 1st cycle から 20th cycle までほぼ同じ値を示すにもかかわらず (Fig. 4.4.2 (a)), 単一材料特性モデルの有限要素解析によって求められた 1st cycle の塑性ひずみは粗大粒材 ($\epsilon_p = 4.3\%$, Fig. 4.3.2 (b)) の方が単結晶材 ($\epsilon_p = 1.1\%$, Fig. 4.3.2 (c)) よりも大きかった。粗大粒材が全体的に均一な材料特性を示したと仮定すると、全体的に最大の変態ひずみ (7.8 %) を有するにもかかわらず、低い降伏応力 (274 MPa) のため、塑性変形の導入が早く起こることが解析からわかっている。一方で、3つの粒 (粗大粒材と単結晶材のバルク材の材料特性) で構成された有限要素解析モデルは非常に小さな塑性ひずみ ($\epsilon_p = 0.4\%$, Fig. 3.4 (f)) を示した。3章でも示したように、形状記憶合金の変形段階 (弾性域, 超弾性領域, 塑性領域) が変化することで粒の剛性が刻一刻と変化し、粒から他の粒へと応力分布、ひずみ分布が変わるためである。このことから、粗大粒材における大変形曲げの有限要素解析は個々の粒が正確にモデル化されたもののみ信頼性があるといえる。

粗大粒材における残留変位は 40th cycle 以降は単結晶材よりも大きかった。単結晶材の転位はマルテンサイトの基底面に導入されるにもかかわらず[4], 粗大粒材の転位は粒界に容易に導入される。これはそれぞれの粒において変態ひずみ及び変態誘起応力が異なることにより起こり、その結果応力集中や粒界割れなどサイクル耐性が低くなる[37,62]。さらに、粗大粒材の試験片の一つは単結晶材の破断 (100th cycle) よりも早く破断 (82nd cycle) し、試験した試験片の中で一番疲労特性が悪かった。破断した多結晶材は応力が集中した中央部で破断したにもかかわらず (Fig. 4.3.1.2.1 (a)), 粗大粒材はグリップ部付近で破断した (Fig. 4.3.1.2.1 (b))。粗大粒材の変形は粒の結晶方位とそれぞれの粒の位置に強く依存する。それぞれの粒は異なる応力で変形しようとするため応力集中が起こり、それがねじりを引き起こした (Fig. 4.3.1.2.1 (f))。ディンプルの伸びたような破面は疲労による劣化が曲げ—引張とねじり—せん断の応力により起こったことを示している。ねじりは中央部よりもグリップ部で優先的に起こる。これはグリップ部が中央部と比べて拘束されており、自由度が低いことに起因する。大きな変態ひずみを有する粗大粒材は引張変形を必要とする応用先には適しているが、非対称変形を示すことから大変形曲げの使用には適していない。

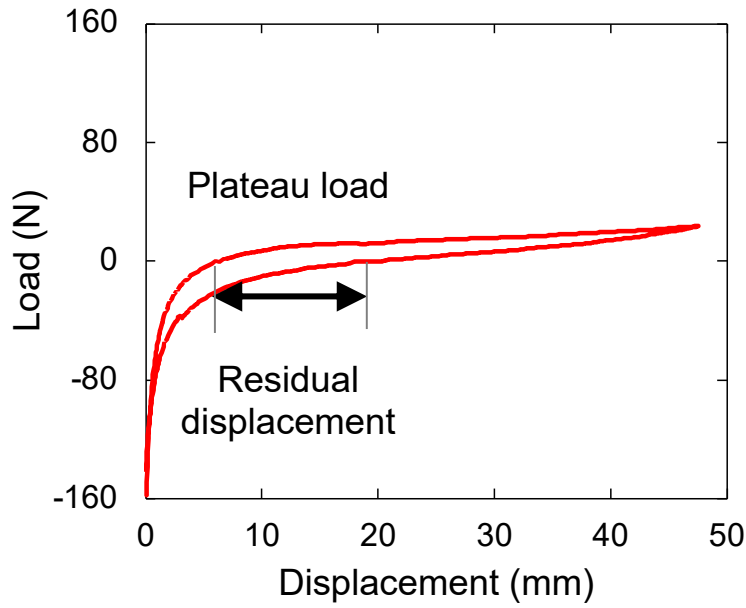


Fig. 4.4.1 Definition of residual displacement and plateau load of axial bending.

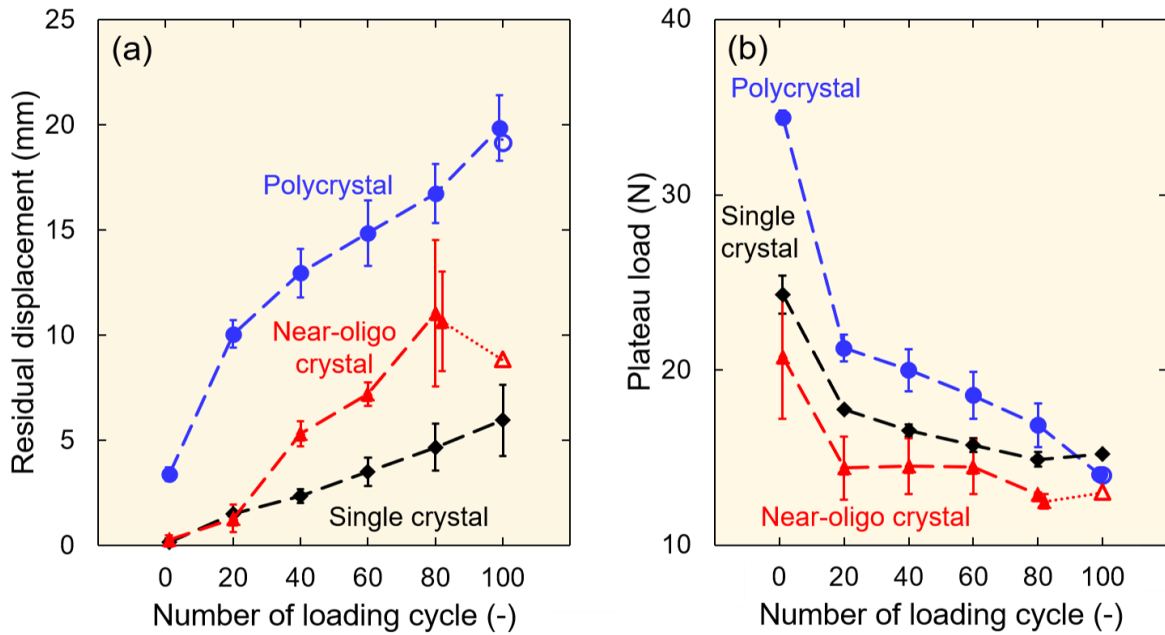


Fig. 4.4.2 (a) Residual displacement and (b) plateau load of polycrystalline, near-oligo crystal and single-crystal samples as a function of number of loading cycles during axial bending. Filled marker connected by dashed line denotes the averaged value of two tested samples, whereas unfilled marker connected by dotted line denotes the value of remaining one sample.

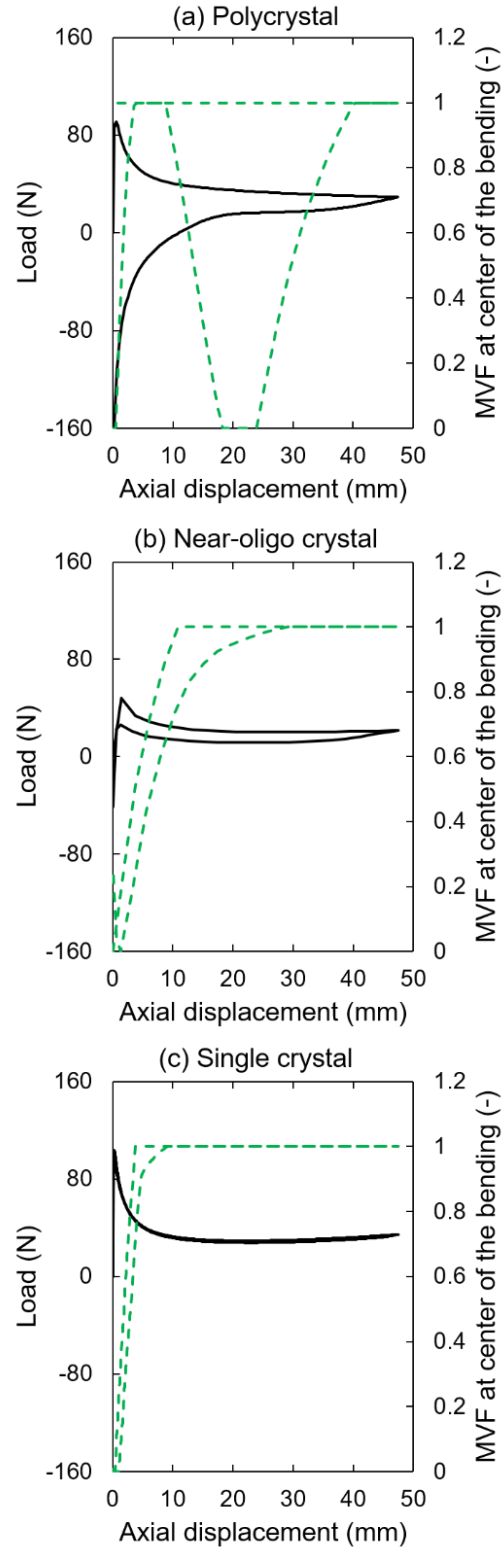


Fig. 4.4.3 Relationship among axial displacement, load and MVF.

4.5 過去の研究との比較

Rahman ら[41]は室温における細長比の高い多結晶 Ni-Ti SMA の超弾性繰り返し軸方向曲げ挙動を明らかにしたが、繰り返し回数は3回にとどまっており、かつ軸方向の変位は試験片の軸方向長さの20%未満であった。本研究では、単結晶 Cu-Al-Mn SMA は Ni-Ti SMA より大きな変態ひずみを有しかつ延性が高いことから、多くのサイクル数に耐えることができ、大きな軸方向変位で曲げることができることを明らかにした。

4.a 大変形曲げにおける有限要素解析の信頼性

4.a.1 序論

近年、有限要素解析はひずみ分布や応力分布を求めるため及び製品使用前における強度予測などで広く使用されている。しかしながら、有限要素解析は Mesh の切り方や境界条件の置き方など、解析方法による影響がある、または完全に挙動を予測できないことから細密な解析である CP-FEM や code を用いて解析を作成する UMAT など開発されている。今回は各結晶粒径ごとに棒材の引張特性をマクロ的に入れた解析が実際の実験結果とどのくらい差異があるかを確認し、大変形曲げのマクロ的有限要素解析の信頼性を検証する。

4.a.2 解析方法

引張試験片は幅 5 mm、長さ 50 mm、板厚 1 mm の長方形試験片をモデルとしたモデル形状を Fig. 4.a.2 に示す。このモデルは Node5488, Element4320, C3D8R である。まず Step-1 でモデルを上下方向に同じ変位だけ引張、その後 Step-2 で元の変位へと戻した。超弾性領域を示すように実験値から与える変位を概算した。

軸方向曲げ解析においては 4.2.3.2, 4.2.3.3 に用いる方法と同様な方法で解析を行った。

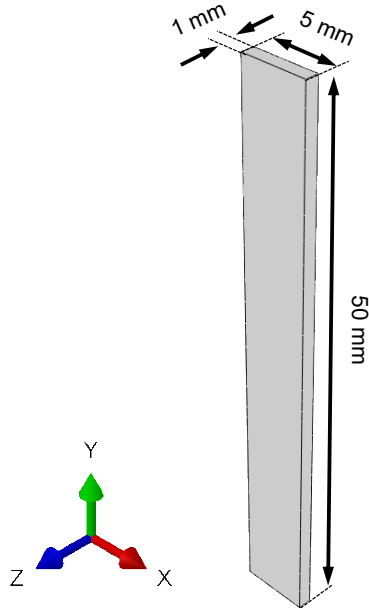


Fig. 4.a.2 Schematic FE-model of uniaxial tensile test.

4.a.3 結果

Fig. 4.a.3.1 に各粒径における実験結果と有限要素解析を比較した応力ひずみ曲線を示す。どの試験片においても実験結果と解析結果は概ね一致していることが分かる。

Fig. 4.a.3.2 に各粒径における実験結果と有限要素解析の荷重変位曲線を示す。多結晶材、粗大粒材と単結晶材全て概ね一致した。多結晶材においては除荷時の変形に実験結果とずれが見られた。単結晶材においては実験結果よりも解析結果の方が負荷除荷間の応力ヒステリシスが小さかった。

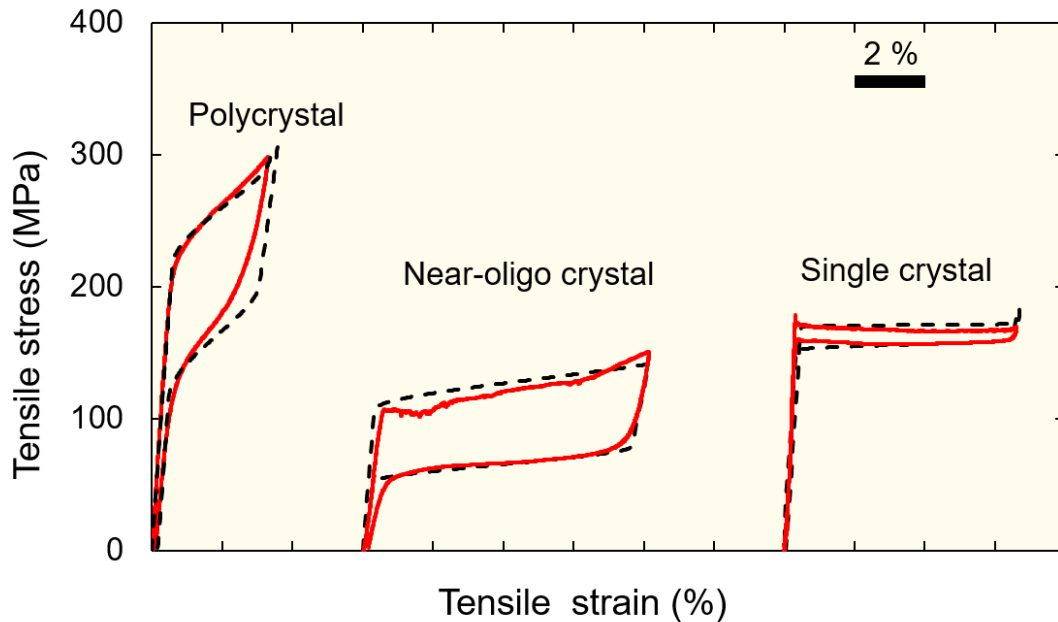


Fig. 4.a.3.1 Stress-strain curves of (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples in uniaxial tensile tests at RT with experimental and FE-analysis.

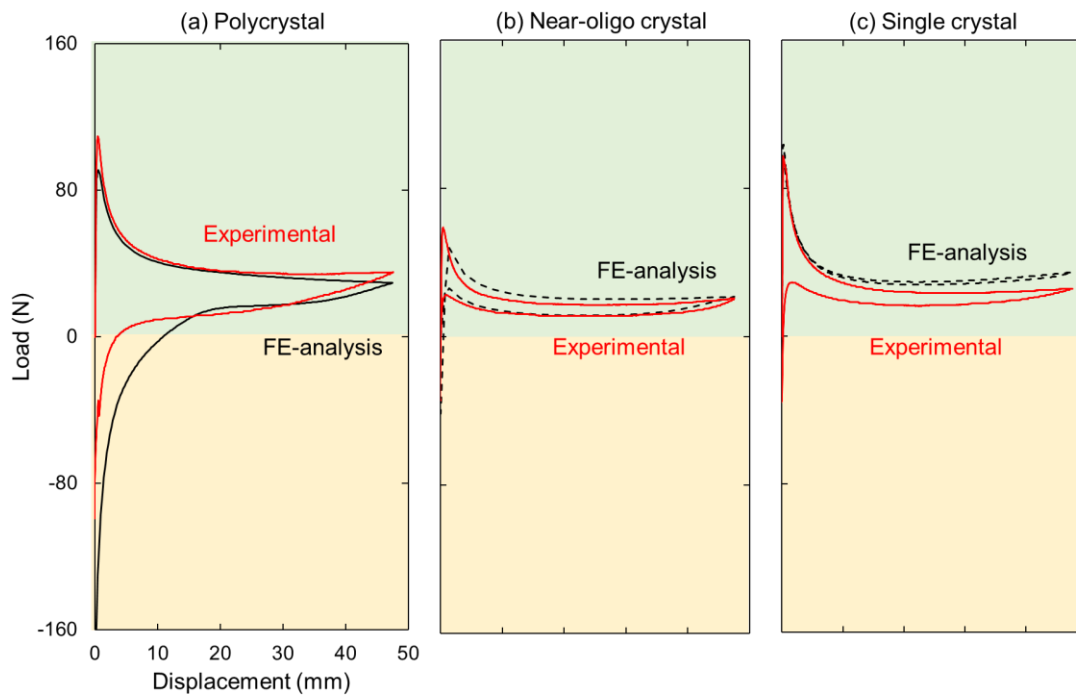


Fig. 4.a.3.2 Load-displacement curves of (a) polycrystalline, (b) near-oligo crystal and (c) single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples in the 1st cycle of axial bending tests at RT with experimental and FE-analysis.

4.a.4 考察

座屈荷重は試験片のセッティングにもよる為、実験結果と解析結果が一致しにくいことが知られている[41]。多結晶材において実験結果と解析結果に差が大幅に生じる原因の一つとして結晶粒同士の拘束が挙げられる。多結晶材では粒が 3 次的に拘束されるため曲げ変形において実際は変形する部分に粒の拘束があるため、粒界に応力が集中し、変形するときに転位の導入が起こる。一方で、多結晶材の粒も粗大粒材と同様に個々の粒が異なる結晶方位を有するため、残留ひずみなどは局所変形部に位置する個々の粒の変態ひずみに依存する。これらの要因が実験結果と解析結果の相違として考えられる。今回は実験において、多結晶材の局所変形部に有する粒の結晶方位が引張でマクロ的に得られたバルク材特性よりも大きいため除荷時に解析結果が実験結果よりも残留変位が大きくなると考えられる。また、その他の影響として、SMA は引張と圧縮により変態ひずみが異なるが、今回の解析では変態ひずみの差について考慮していない。

単結晶材においては粒界がないにもかかわらず負荷除荷間の応力ヒステリシスが解析結果より大きくなる。Cu-Al-Mn SMA が格子変形時にマルテンサイト相と母相の不整合性から変態中に転位が生じる。解析にマルテンサイト相と母相の不整合性は反映されないためこのような現象が起こる。引張変形の材料特性を入れているにもかかわらずこのような問題が起こるのは、軸方向曲げは引張と圧縮の複合挙動であること、大変形曲げで変形度合いが引張変形に比べて局所的で大きいことに起因する。

4.b 単結晶材の大変形曲げにおける Parametric study

4.b.1 序論

Cu-Al-Mn SMA は結晶方位依存性があることが知られている。一般に曲げ変形では材料の剛性が変形に影響を与えることが知られている[63]が、形状記憶合金の大変形曲げにおいてヤング率や引張と圧縮における変態ひずみの差が影響することが Pereiro ら[42]の先行研究で分かっているが、変態ひずみや降伏応力が及ぼす影響については分かっていない。本章では単結晶材における Parametric study を行い、変態ひずみや降伏応力の及ぼす影響を明らかにする。

4.b.2 解析方法

解析方法は 4.2.3.2 と 4.2.3.3 に示すものと同様な方法で行った。使用したモデルにおける材料特性を Table 4.b.2 に示す。Parametric model は Kise らの論文を参照して値を算出した[51]。圧縮における変態誘起応力は 300 MPa として計算した。細長比の高い部材においては圧縮よりも引張の影響が大きいことが Pereiro らなど[42,43,64]によって研究されているため圧縮における変態誘起応力は Single crystal のモデルは 2 章で求めた引張特性を用いた。Parametric model における結晶方位は変態ひずみが一番大きく降伏応力の低い<001>方位とした。

Table 4.b.2 Tensile and compressive properties of parametric and experimentally modeled single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples at RT inputted in FE analysis.

	σ_{tL}^S (MPa)	σ_{tL}^E (MPa)	σ_{tU}^S (MPa)	σ_{tU}^E (MPa)	ε_{SE} (-)	σ_{cL}^S (MPa)	E_A (MPa)	E_M (MPa)	σ_1^P (MPa)	ε_1 (-)	σ_2^P (MPa)	ε_2 (-)
Parametric model	179	285	160	154	0.103	300	23000	2059	220	0.12	250	0.55
Experimental Model	170	172	160	152	0.055	418	39849	15418	717	0.084	758	0.17

4.b.3 結果

解析結果を Fig. 4.b.3 に示す。Parametric model の変態ひずみは 10.3 %で Experimental model の変態ひずみ (5.5 %) よりも大きいにもかかわらず、局所変形部における塑性ひずみは Parametric model ($\varepsilon_p = 8.4\%$) の方が Experimental model ($\varepsilon_p = 1.1\%$) よりも大きかった (Fig. 4.b.3 (c), (d))。また、局所曲げ部分におけるマルテンサイト体積率割合は Experimental model の方が Parametric model よりも大きかった。マルテンサイト変態は局所変形部である中央部とグリップ部でどちらも完全に変態が完了していた。

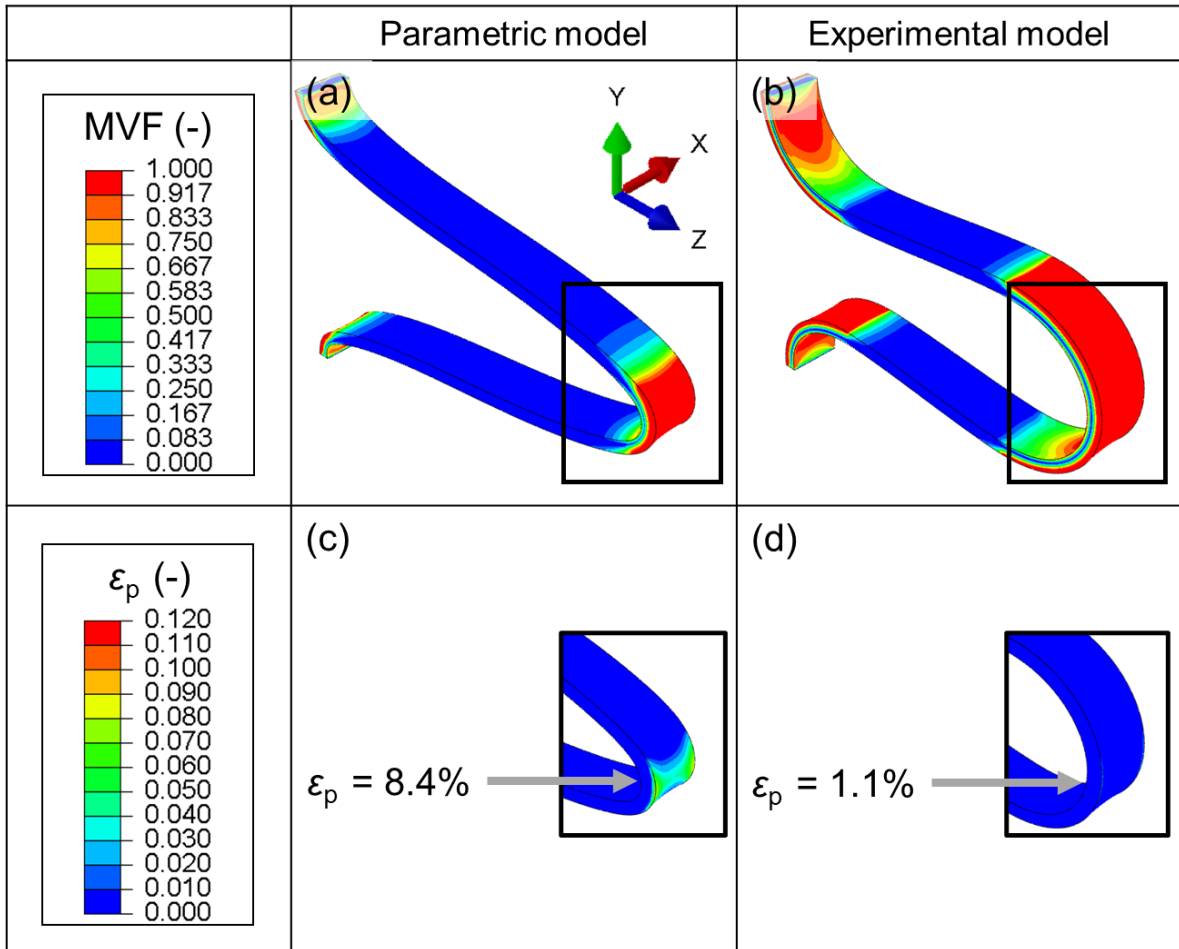


Fig. 4.b.3 Distributions of FE-analyzed von Mises stress (σ_{Mises}) and equivalent plastic strain (ε_p) in the samples when loaded down to -47.5 mm during axial bending. FE models of (a) parametric study and (b) experimental model of single-crystal Cu-Al-Mn SMA samples were inputted with their respective bulk mechanical properties in the loading direction (cf. Table 4.b.2).

4.b.4 考察

変態ひずみが大きい parametric model (10.3 %) が experimental model (5.5 %) よりも塑性ひずみが大きかった理由として parametric model における降伏応力 (220 MPa) が単結晶材における降伏応力 (770 MPa) よりも低いこと、そしてマルテンサイトの弾性率が関係していると考えられる。Parametric model が超弾性で変態しきった後、マルテンサイトの弾性率と降伏応力が低いために試験片が曲がりやすく、すぐに降伏応力達するため塑性変形の導入が起こりやすい。一方で Experimental model においては変態ひずみが Parametric model と比べて小さいが、マルテンサイトの弾性率が高いため、試験片が曲がりにくくかつ降伏応力が高いため塑性変形が起こりにくく塑性変形の導入が抑制できる。すなわち大変形曲げの塑性ひずみは変態ひずみよりもマルテンサイトの弾性率及び降伏応力の影響が大きいといえる。これは試験片を $Y = -47.5 \text{ mm}$ まで曲げている場合であり、試験片を超弾性領域の変位である $Y = -20 \text{ mm}$ 程度であれば parametric study の方がマルテンサイト弾性変形時におけるサイクル疲労による転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留が妨げられる可能性があるが、今回は $Y = -47.5 \text{ mm}$ 曲げるような大変形について言及することとする。

試験片の変形形状とマルテンサイト変態領域も試験片の変形しやすさに依存する。Parametric model では試験片のマルテンサイトの弾性率が母相における弾性領域の弾性率の 10 分の 1 程度と非常に低いため、局所変形部に曲げが起こると未変態領域との剛性の差が大きいため試験片は局所変形部で変態した部分のみ曲がる。一方、Experimental model では試験片のマルテンサイトの弾性率が母相における弾性領域の弾性率の 5 分の 2 程度であり、比較的剛性の差が少ないため試験片の局所変形部が Parametric model よりも増大し変形形状は丸くなる。

試験片の形状の変化は塑性ひずみにも影響する。マルテンサイト変態領域が広がると全体的に変態が終わるのが遅くなる。Parametric model では変位 $Y = -21.0 \text{ mm}$ から塑性変形が始まるのに対し、Experimental model では変位 $Y = -31.0 \text{ mm}$ で塑性変形が始まる。このように試験片の曲がりにくさは塑性変形の抑制にもつながる。

これらのことから試験片の大変形曲げにおける塑性ひずみは降伏応力とヤング率に強く依存するといえる。

4.5 結論

本章では軸方向大変形曲げにおける結晶粒径の影響についてと有限要素解析の信頼性について議論し、以下の結論を得た。

1. すべての多結晶材と単結晶材は対称変形を示したが、試験片の幅の半分以上の粒を有する粗大粒材は個々の粒の結晶方位の及ぼす影響により非対称変形を示した。
2. すべての結晶粒に対して残留変位は転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留に伴ってサイクル数増加とともに増大した。
3. プラトー荷重は 1~20cycle で急激に低下する。これは転位の導入による塑性ひずみの発生に伴い試験片が曲がっていくことで試験片が座屈しなくなるためである。
4. 多結晶材は高い変態誘起応力を有するため高いプラトー荷重を得られる。一方で変態ひずみが小さいがために、残留変位が大きくなる。試験片の一つは 100th cycle で破壊した。
5. 粗大粒材は変態ひずみが大きい、非対称変形を示すことから細長比の大きな構造物には適さない。かつ、試験片のうちの一つは 82nd cycle においてグリップ部破断した。
6. 粗大粒材は粒界が少ないことから多結晶材に比べて変形の自由度は高いが、グリップ部に粒界があるとグリップ部の拘束からねじりが生じる。
7. 単結晶材は変態誘起応力が多結晶材よりも低いため、プラトー荷重は多結晶材よりも低くなるが、変態ひずみが大きいことや粒界がないことにより転位の導入が少ないことから疲労特性に優れている。すべての単結晶材は 100 cycle 試験中に破断しなかった。
8. 粒径を変えて行った有限要素解析の荷重変位曲線において、多結晶材は実験結果と解析結果が一致しなかった。これは実際、多結晶材が結晶粒同士で拘束されていることにより、変形する際に転位の導入が起こることで残留ひずみが発生するからである。
9. 単結晶材における Parametric study の結果、大変形曲げ 1st cycle における塑性ひずみは降伏応力とヤング率による影響が大きいと分かった。

5. 展開ラジエータへの実証

5.1 序論

1 章でも述べたように現在の展開ラジエータへは Cu-Al-Ni SMA の利用が試みられている。しかしながら、Cu-Al-Ni SMA は変態ひずみの大きい<001>方位を得るためには製造方法が限定されていることによりコストがかかる。そのため、本研究では Cu-Al-Mn SMA の利用を試みた。Cu-Al-Ni SMA は深宇宙探査機 Destiny+への利用が試みられており、EM 試験までの試験実証が済んでいる。本章では Cu-Al-Mn SMA と Cu-Al-Ni SMA の力学特性を比較することで Cu-Al-Mn SMA がどのような条件の展開ラジエータに使用できるか実証可能性について言及する。

5.2 実験方法

試験方法は 4.2.1 に示す実験方法と同様である。Cu-Al-Mn SMA においては 4.2 章で評価した単結晶材を用いた。板厚は 0.5 mm と単結晶 Cu-Al-Ni SMA に対しては板厚を 0.775 mm と 1 mm の 2 種類で試験を行った。Cu-Al-Ni SMA に対しては板厚 0.775 mm のものは 700 cycle 試験を行い、1 mm のものは破断するまで試験を行った。破断した試験片の破断面は光学顕微鏡を用いて撮影した。単結晶 Cu-Al-Ni SMA は EBAD 社製で、その材料特性を Table 5.2 に示す。

Table 5.2 Material properties of single crystal Cu-Al-Ni SMA

Properties	Value
Young's modulus	30 MPa
Yield strength	950 MPa
Elastic strain limit	9.0 %

5.3 結果

Fig. 5.3.1 に単結晶 Cu-Al-Mn SMA (板厚 1 mm) と単結晶 Cu-Al-Ni SMA (板厚 0.775 mm) の比較を示す。Cu-Al-Mn SMA の方が Cu-Al-Ni SMA よりも全体的に大きな荷重を示した。Cu-Al-Mn SMA は座屈荷重が 100th cycle では見られないのに対し、Cu-Al-Ni SMA では 700th cycle においても座屈荷重は 1st cycle と変化がみられなかった。

Fig. 5.3.2 に Cu-Al-Ni SMA 1 mm 板厚の軸方向曲げ試験における荷重変位曲線を示す。Cu-Al-Ni SMA 1 mm 板厚については 391st cycle で破断した。1st cycle と破断した 391st cycle における荷重変位曲線を示す。Cu-Al-Ni SMA 板厚 1 mm における試験では試験を一旦止め

た際に試験機のゼロ点がずれてしまったため 391st cycle の荷重変位曲線には変位の値のみを表示している。破断面は脆性破壊であることが光学顕微鏡による高さ分析により確認された (Fig. 5.3.3 (a))。また破断面内に亀裂が入っていた (Fig. 5.3.3 (b))。

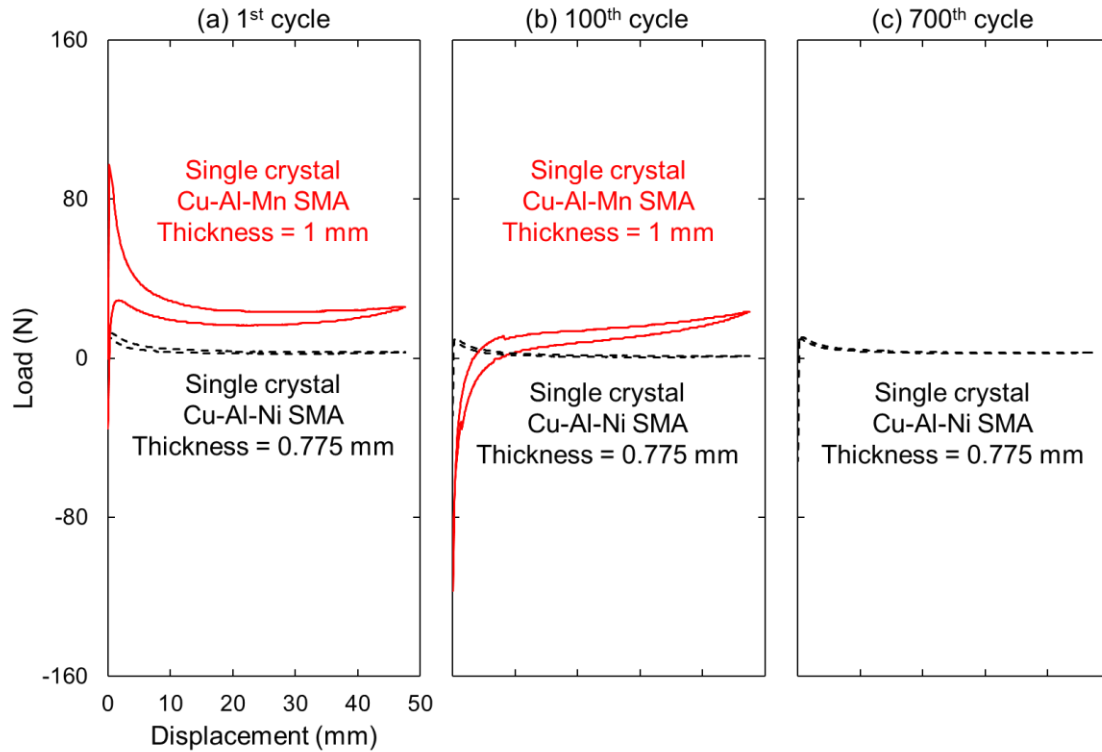


Fig. 5.3.1 Load-displacement curves in (a) 1st, (b) 100th and (c) 700th cycle of Cu-Al-Mn SMA and Cu-Al-Ni SMA samples of axial bending tests at RT with experimental and FE-analysis.

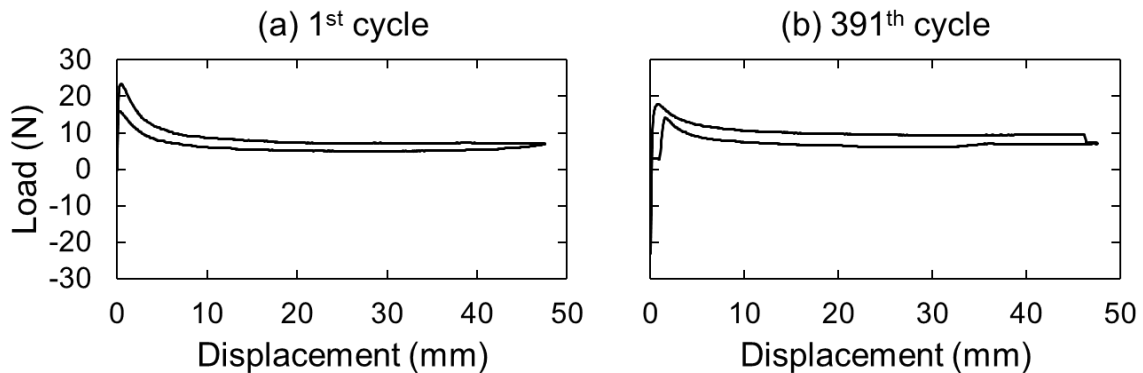


Fig. 5.3.2 Load-displacement curves in (a) 1st, (b) 391st cycle of Cu-Al-Ni SMA samples of axial bending tests at RT with experimental and FE-analysis.

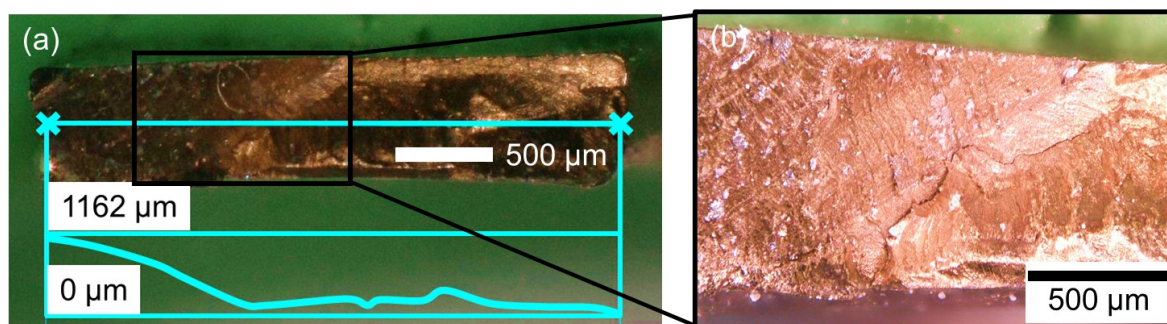


Fig. 5.3.3 Optical photos of Cu-Al-Ni SMA with 1 mm thickness (a) observed from the top views of fractured surfaces with height profiles along the horizontal lines. (b) showed the magnified image observed from the framed areas in (b).

5.4 考察

Cu-Al-Ni SMA が Cu-Al-Mn SMA のように転位の導入が起こって座屈荷重が低下しない理由として高い剛性が挙げられる。Cu-Al-Ni SMA は大きな変態ひずみ ($\sim 9\%$) を持ち、かつ降伏応力も 950 MPa と単結晶 Cu-Al-Mn SMA (717 MPa) よりも高いため、単結晶 Cu-Al-Mn SMA よりも塑性変形が入りにくい。その結果、試験片はサイクル数増加しても完全にまっすぐな状態に戻る為、試験片は毎回座屈する。これは Cu-Al-Ni SMA の方が Cu-Al-Mn SMA よりも母相とマルテンサイト相における整合性が良いため、Cu-Al-Mn SMA に比べてマルテンサイト変態時に転位が入りにくいためである。しかしながら、Cu-Al-Ni SMA は板厚を増加させると脆性的な破断が起こった。脆性的破壊は試験片断面内に亀裂が入っていることから確認できる。これは Cu-Al-Ni SMA は脆性材料であると述べられている他の研究結果と一致する[11,15]。これは転位の蓄積によって起こると考えられる。

Cu-Al-Mn SMA (板厚 0.5, 1 mm) と Cu-Al-Ni SMA (板厚 0.775 mm) の残留変位とプラトー荷重を Fig. 5.4 に示す。すべての板厚において Cu-Al-Mn SMA の方が Cu-Al-Ni SMA よりも残留変位とプラトー荷重が大きかった。Cu-Al-Mn SMA の方がプラトー荷重、残留変位が大きい原因は Cu-Al-Mn SMA の方が母相とマルテンサイト相の整合性が悪い変形しにくいと考えられる。

これらのことから Cu-Al-Ni SMA においては Cu-Al-Mn SMA よりもサイクル特性に優れているが、板厚を大きくすると突然脆性破壊が起こるため、超弾性ひずみに余裕がある領域で使用する必要がある。一方、Cu-Al-Mn SMA は Cu-Al-Ni SMA より転位が入りやすいため、低サイクルでの使用に限定されるが高出力を得られる。また、Cu-Al-Mn SMA は塑性ひずみが大きい信頼性が高められる。

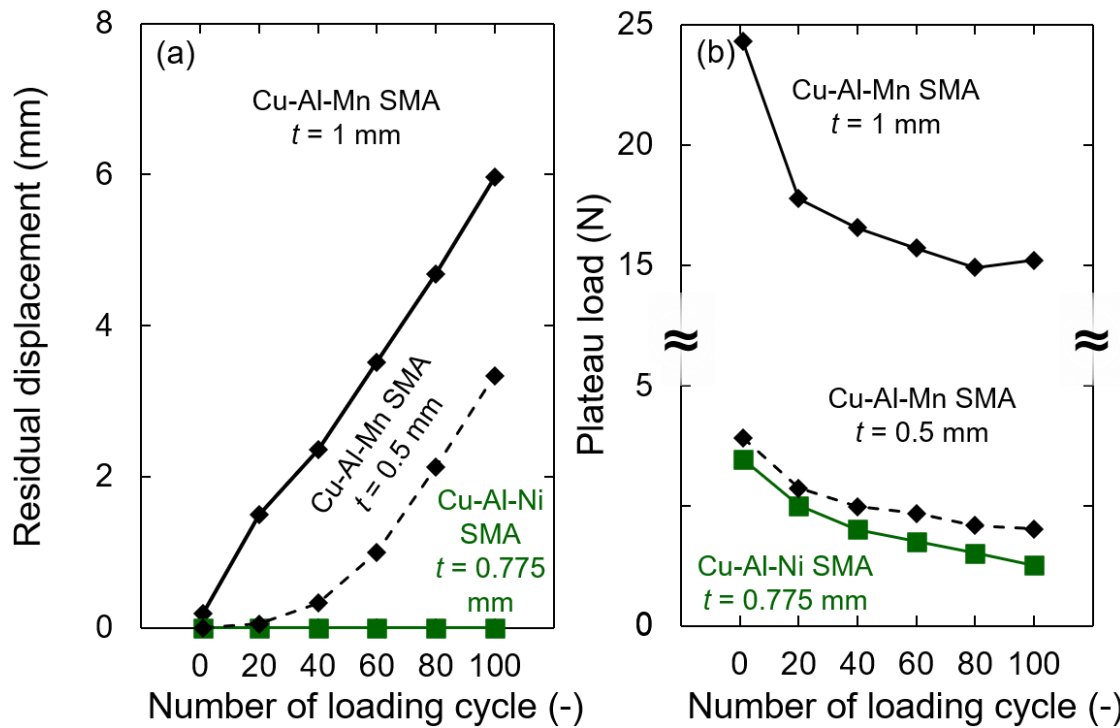


Fig. 5.4 (a) Residual displacement and (b) plateau load of Cu-Al-Mn and Cu-Al-Ni SMA samples as a function of number of loading cycles during axial bending.

5.5 結論

本章では Cu-Al-Ni SMA と Cu-Al-Mn SMA の比較を行い、Cu-Al-Mn SMA の展開ラジエータ適応可能性について検証し、以下の結論を得た。

1. Cu-Al-Mn SMA は Cu-Al-Ni SMA と比較して、転位が入りやすいため、低サイクルでの使用が望ましい。
2. Cu-Al-Mn SMA は塑性ひずみが大きいため、転位が入り、試験片が曲がってからも破断するまでに時間がかかるため、低サイクル高信頼性の要求での使用に適している。
3. Cu-Al-Mn SMA は Cu-Al-Ni SMA よりも高出力が得られる。

6. 結論

本研究では Cu-Al-Mn SMA 展開ラジエータ実用化に向けた大変形曲げの理解を目的とした軸方向大変形曲げにおける結晶粒径依存性を調査し、以下の結論を得た。結論のフロー図は Fig.6 に示す。

1. Cu-Al-Mn SMA における引張試験では粒径が粗大粒になるまでは結晶粒径に依存し、粗大粒以上では結晶方位に依存して変態誘起応力と変態ひずみは変化する。
2. Cu-based SMA の大変形曲げにおいては粗大粒材では粒界が少なく結晶粒の自由度が結晶粒の方位差によって同じ応力における各粒の変形しやすさが異なるため、粒界付近に応力が集中し、非対称変形を示す。
3. 繰り返し軸方向曲げでサイクル数増加に伴って残留変位は増大する。これは転位の導入や転位の導入や転位の導入によるマルテンサイトの残留が原因である。
4. 多結晶材は高いプラトー荷重が得られる一方で変態ひずみが小さいことから残留ひずみが大きく試験片の一つは 100th cycle で破断した。
5. 粗大粒材は 3 つの粒径の中で一番大きな変態ひずみを有するにもかかわらず、粒同士の結晶方位の差から粒界付近で非対称な変形を示す。さらに、試験片の一つは粒界がグリップ部にあり、グリップの拘束によって試験片がねじれ、82nd cycle で破断が起きた。粗大粒材は引張では使用可能だが、大変形曲げではサイクル使用に適さない。
6. 単結晶材は 100 cycle であれば少ない残留ひずみで一定のプラトー荷重を得られる。100cycle では試験片は破断が起こらなかった。
7. Cu-Al-Mn SMA と Cu-Al-Ni SMA の比較から Cu-Al-Mn SMA は残留ひずみが入りやすいが塑性ひずみが大きく高出力を得られるため、高出力低サイクルでの展開ラジエータでは利用可能である。

目的: Cu-Al-Mn SMA 展開ラジエータ実用化に向けた大変形曲げの理解

- 引張試験における変態誘起応力, 変態ひずみ依存性再確認
 - 2章: 変態誘起応力及び変態ひずみにおける結晶粒径依存性
 - ✓ 引張試験では粒径が粗大粒になるまでは結晶粒径に依存し, 粗大粒以上では結晶方位に依存して変態誘起応力と変態ひずみは変化

- 大変形曲げにおける結晶粒径依存性の調査
 - 3章: 粗大粒材における非対称曲げ変形
 - 4章: 繰返し大変形曲げにおける結晶粒径の影響
 - ✓ 粗大粒材は粒界付近に応力が集中し非対称変形を示す
 - ✓ 繰返し試験により試験片に残留ひずみは蓄積する
 - ✓ 試験片に残留ひずみが蓄積していくことで荷重は低下
 - ✓ 多結晶材は100th cycleで脆性破壊
 - ✓ 粗大粒材におけるはねじれにより82nd cycleで破壊
 - ✓ 単結晶材は少ない残留ひずみで一定の荷重が得られる

- 展開ラジエータ実用可能性の検証
 - 5章: 展開ラジエータ実証
 - ✓ Cu-Al-Mn SMAは高出力で少ないサイクルでの展開ラジエータにおいて利用可能性あり

Fig. 6 Outcome of this thesis

研究業績

1. 松枝里奈, 戸部裕史, 大島草太, 佐藤英一, 北菌幸一, Cu-Al-Mn 形状記憶合金の超弾性大変形曲げモード, 第 159 回秋季金属学会ポスター発表, 2021/9/14-17, オンライン
2. Rina Matsueda, Hirobumi Tobe, Sota Oshima, Eiichi Sato, Koichi Kitazono, Grain Size Effect of Large-Strain Superelastic Axial-Bending in Cu-Al-Mn Shape Memory Alloy, ICOMAT 2022, 2022/3/13-18
3. 松枝里奈, 戸部裕史, 大島草太, 佐藤英一, 北菌幸一, 展開ラジエータ用 Cu-Al-Mn 形状記憶合金において粒径が及ぼす超弾性大変形曲げ挙動の影響, 第 169 回超塑性研究会ポスター発表, 2022/3/29, JAXA 宇宙科学研究所
4. 松枝里奈, 戸部裕史, 大島草太, 佐藤英一, 北菌幸一, Cu-Al-Mn 形状記憶合金の超弾性大変形曲げにおける結晶粒径依存性, 第 161 回秋季金属学会ポスター発表, 2022/9/20-23, 福岡工業大学

受賞歴

第 169 回超塑性研究会 優秀ポスター賞

謝辞

本研究は JAXA 宇宙科学研究所と東京都立大学北薊研究室にて行われました。本研究を行うにあたりまして指導員である北薊先生には研究の進め方や論文の書き方等様々なことをご指導頂きました。また、宇宙科学研究所で受け入れてくださった佐藤英一教授にも研究の進め方や論文の書き方等様々なことをご指導いただきました。岩手大学戸部裕史准教授には、実験方法や形状記憶合金の基礎、論文の書き方や形状記憶合金に関する様々なことをご指導頂きました。また、大島草太助教には実験装置の使い方や解析方法などをご指導いただきました。北薊研究室、佐藤英一研究室のメンバーには実験を一緒に行い研究に対する指導をいただきました。皆様と励まし合いながら研究を進めることができました。皆様ありがとうございます。また、解析に関して助言を下された Amit Patel さん、Ong Fei Shen さん、そしてシンガポール国立大学の Professor Victor Shim と Ph. D の Li さんに深くお礼を申し上げます。最後に、6 年間大学に行かせてくれ、支えてくれた家族に感謝します。

参考文献

- [1] H. Nagano, A. Ohnishi, Y. Nagasaka, Development of a lightweight deployable / stowable radiator for interplanetary exploration, *Appl. Therm. Eng.* 31 (2011) 3322–3331. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2011.06.012>.
- [2] Y. Akizuki, H. Nagano, T. Kinjo, K. Sawada, H. Ogawa, T. Takashima, K. Nishiyama, H. Toyota, K. Watanabe, Development and testing of the re-deployable radiator for deep space explorer, *Appl. Therm. Eng.* 165 (2019) 114586. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2019.114586>.
- [3] Y. SHIMAKAWA, A New Variable-Emittance Radiator Equipped on a Spacecraft “HAYABUSA,” *Hyomen Kagaku*. 33 (2012) 675–680. <https://doi.org/10.1380/jsssj.33.675>.
- [4] H. Kato, T. Ozu, S. Hashimoto, S. Miura, Cyclic stress-strain response of superelastic Cu-Al-Mn alloy single crystals, *Mater. Sci. Eng. A*. 264 (1999) 245–253. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)01095-8](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)01095-8).
- [5] S. Miyazaki, K. Otsuka, Development of Shape Memory Alloys, *ISIJ Int.* 29 (1989) 353–377. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.29.353>.
- [6] P. Chowdhury, Frontiers of Theoretical Research on Shape Memory Alloys: A General Overview, *Shape Mem. Superelasticity*. 4 (2018) 26–40. <https://doi.org/10.1007/s40830-018-0161-4>.
- [7] K. Otsuka, X. Ren, Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys, *Prog. Mater. Sci.* 50 (2005) 511–678. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.10.001>.
- [8] S. Miyazaki, My Experience with Ti – Ni-Based and Ti-Based Shape Memory Alloys, *Shape Mem. Superelasticity*. (2017). <https://doi.org/10.1007/s40830-017-0122-3>.
- [9] R.A. Abubakar, F. Wang, L. Wang, A review on Nitinol shape memory alloy heat engines, (n.d.).
- [10] J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Mater. Des.* 56 (2014) 1078–1113. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.084>.
- [11] S. Najah Saud Al-Humairi, Cu-Based Shape Memory Alloys: Modified Structures and Their Related Properties, in: *Recent Adv. Metall. Eng. Electrodepos.*, IntechOpen, 2020: pp. 1–30. <https://doi.org/10.5772/intechopen.86193>.
- [12] K. Niitsu, Y. Kimura, T. Omori, R. Kainuma, Cryogenic superelasticity with large elastocaloric effect, *NPG Asia Mater.* 10 (2018) e457. <https://doi.org/10.1038/am.2017.213>.
- [13] J.P. Oliveira, Z. Zeng, C. Andrei, F.M. Braz Fernandes, R.M. Miranda, A.J. Ramirez, T. Omori, N. Zhou, Dissimilar laser welding of superelastic NiTi and CuAlMn shape memory alloys, *Mater. Des.* 128 (2017) 166–175. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.011>.
- [14] H.-Y.H. Xie, Jian-xin, Ji-Li Liu, Structure design of high-performance Cu-based shape memory alloys, *Rare Met.* 34 (2015) 607–624. <https://doi.org/10.1007/s12598-015-0557-7>.
- [15] S. Miyazaki, K. Otsuka, The Fracture of Cu-Al-Ni Shape Memory Alloy, *Trans. Japan Inst. Met.* 22 (1981) 244–252. https://doi.org/https://doi.org/10.1501/commua1-2_0000000067.
- [16] Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Grain size dependence of pseudoelasticity in polycrystalline Cu – Al – Mn-based shape memory sheets, *Acta Mater.* 61 (2013) 3842–3850. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.03.022>.
- [17] O. ADIGUZEL, Martensite structure determination in shape memory CuAlMn alloy, *Commun.Fac.Sci.Univ.Ank.Series A2-A3 Phys.Sci. Eng.* 36 (1987) 47–55. https://doi.org/https://doi.org/10.1501/commua1-2_0000000067.

- [18] J.L. Liu, H.Y. Huang, J.X. Xie, Superelastic anisotropy characteristics of columnar-grained Cu-Al-Mn shape memory alloys and its potential applications, *Mater. Des.* 85 (2015) 211–220. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.114>.
- [19] T. Omori, S. Kawata, R. Kainuma, Orientation dependence of superelasticity and stress hysteresis in Cu-Al-Mn alloy, *Mater. Trans.* 61 (2020) 55–60. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MJ2019008>.
- [20] C.E. Sobrero, P. La Roca, A. Roatta, R.E. Bolmaro, J. Malarria, Shape memory properties of highly textured Cu-Al-Ni-(Ti) alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 536 (2012) 207–215. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.104>.
- [21] H. Horikawa, S. Ichinose, K. Morii, S. Miyazaki, K. Otsuka, Orientation dependence of $\beta_1 \rightarrow \beta_{11}$ stress-induced martensitic transformation in a Cu-Al-Ni alloy, *Metall. Trans. A.* 20 (1989) 779–780. <https://doi.org/10.1007/BF02667596>.
- [22] Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, N. Ono, Enhancement of superelasticity in Cu-Al-Mn-Ni shape-memory alloys by texture control, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 33 (2002) 2817–2824. <https://doi.org/10.1007/s11661-002-0267-2>.
- [23] T. Kusama, T. Omori, T. Saito, S. Kise, T. Tanaka, Y. Araki, R. Kainuma, Ultra-large single crystals by abnormal grain growth, *Nat. Commun.* 8 (2017) 1–8. <https://doi.org/10.1038/s41467-017-00383-0>.
- [24] T. Omori, T. Kusama, S. Kawata, I. Ohnuma, Y. Sutou, Y. Araki, K. Ishida, R. Kainuma, Abnormal Grain Growth Induced by Cyclic Heat Treatment, *Science* (80-.). 341 (2013) 1500–02. <https://doi.org/10.1126/science.1238017>.
- [25] E.M. Mazzer, M.R. Silva, P. Gargarella, Revisiting Cu - based shape memory alloys : Recent developments and new perspectives, *J. Mater. Res.* 37 (2022) 162–182. <https://doi.org/10.1557/s43578-021-00444-7>.
- [26] S. Xu, T. Kusama, X. Xu, H. Huang, T. Omori, J. Xie, R. Kainuma, Large [001] single crystals via abnormal grain growth from columnar polycrystal, *Materialia.* 6 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100336>.
- [27] H. Wang, H.Y. Huang, Y.J. Su, Tuning the operation temperature window of the elastocaloric effect in Cu–Al–Mn shape memory alloys by composition design, *J. Alloys Compd.* 828 (2020) 154265. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154265>.
- [28] B. Gencturk, Y. Araki, T. Kusama, T. Omori, R. Kainuma, F. Medina, Loading rate and temperature dependency of superelastic Cu – Al – Mn alloys, *Constr. Build. Mater.* 53 (2014) 555–560. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.002>.
- [29] K.K. Alaneme, J.U. Anaele, E.A. Okotete, Martensite aging phenomena in Cu-based alloys: Effects on structural transformation, mechanical and shape memory properties: A critical review, *Sci. African.* 12 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2021.e00760>.
- [30] Y. Sutou, N. Koeda, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Effects of aging on stress-induced martensitic transformation in ductile Cu–Al–Mn-based shape memory alloys, *Acta Mater.* 57 (2009) 5759–5770. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.08.011>.
- [31] S. Motomura, T. Hara, T. Omori, R. Kainuma, M. Nishida, Morphological and chemical analysis of bainite in Cu-17Al-11Mn (At.%) alloys by using orthogonal FIB-SEM and double-EDS STEM, *Microscopy.* 65 (2016) 243–252. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfw003>.
- [32] N. Suresh, U. Ramamurty, Effect of aging on mechanical behavior of single crystal Cu-Al-Ni shape memory alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 454–455 (2007) 492–499. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.11.069>.
- [33] P. Chowdhury, H. Sehitoglu, Progress in Materials Science Deformation physics of shape memory alloys – Fundamentals at atomistic frontier, *Prog. Mater. Sci.* 88 (2017) 49–88.

- <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.03.003>.
- [34] B. Duran, K. Can Ath, Ö. Avşar, Superelastic cyclic properties of cu-al-mn and ni-ti shape memory alloys for seismic mitigation, *World Congr. Civil, Struct. Environ. Eng.* (2020) 117-1-117-8. <https://doi.org/10.11159/icsect20.117>.
 - [35] S.S. Jan Frenzel, Gunther Eggeler, Eckhard Quandt, and M. Kohl, High-performance elastocaloric materials for the engineering of bulk- and micro-cooling devices, *Caloric Eff. Ferroic Mater.* 43 (2018) 280–284. <https://doi.org/https://doi.org/10.1557/mrs.2018.67>.
 - [36] K. Sawada, Y. Akizuki, T. Kinjo, H. Ogawa, T. Miyabara, Development of an Engineering Model of the Re-Deployable, *Appl. Therm. Eng.* 165 (2022) 114586. <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S135943119328005>.
 - [37] T.H. Su, N.H. Lu, C.H. Chen, C.S. Chen, On the decrease in transformation stress in a bicrystal cu-al-mn shape-memory alloy during cyclic compressive deformation, *Materials (Basel)*. 14 (2021). <https://doi.org/10.3390/ma14164439>.
 - [38] M.A. Rahman, J. Tani, J. Qiu, Unique behaviors of the Super elastic Shape memory Alloy under tensile and compressive loading, 3 (2001) 185–187. <http://buet.ac.bd/me/icme2013/icme2001/cdfiles/Papers/Applied Mechanics/serial34.pdf> <http://files/403/serial34.pdf>.
 - [39] N. Lu, C. Chen, Materials Science & Engineering A Compressive stress-induced martensitic transformation and elastocaloric effect in Cu-Al-Mn single-crystal alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 840 (2022) 142945. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142945>.
 - [40] C.A.S. Stian M. Ueland, Grain boundary and triple junction constraints during martensitic transformation in shape memory alloys, *J. Appl. Phys.* 114 (2013). <https://doi.org/10.1063/1.4817170>.
 - [41] M.A. Rahman, J. Qiu, J. Tani, Buckling and Postbuckling Characteristics of the Superelastic SMA Columns – Numerical Simulation, *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 16 (2001) 691–702. <https://doi.org/10.1177/1045389X05054022>.
 - [42] J. Pereiro-Barceló, J.L. Bonet, Ni-Ti SMA bars behaviour under compression, *Constr. Build. Mater.* 155 (2017) 348–362. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.08.083>.
 - [43] A.M. Asfaw, M.M. Sherif, G. Xing, O.E. Ozbulut, Experimental Investigation on Buckling and Post-buckling Behavior of Superelastic Shape Memory Alloy Bars, *J. Mater. Eng. Perform.* 29 (2020) 3127–3140. <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04815-9>.
 - [44] Y. Sutou, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, Ductile Cu-Al-Mn based shape memory alloys: General properties and applications, *Mater. Sci. Technol.* 24 (2008) 896–901. <https://doi.org/10.1179/174328408X302567>.
 - [45] R. Kainuma, S. Takahashi, K. Ishida, Thermoelastic martensite and shape memory effect in ductile Cu-Al-Mn alloys, *Metall. Mater. Trans. A*. 27 (1996) 2187–2195. <https://doi.org/10.1007/BF02651873>.
 - [46] G. Ciatto, P.L. Solari, S. De Panfilis, A.L. Fiorini, S. Amadori, L. Pasquini, E. Bonetti, Atomic ordering in CuZnAl shape memory alloys investigated via x-ray absorption and diffraction, *Appl. Phys. Lett.* 92 (2008). <https://doi.org/10.1063/1.2943150>.
 - [47] T. Kusama, T. Omori, T. Saito, I. Ohnuma, K. Ishida, R. Kainuma, Two- and Three-Dimensional Grain Growth in the Cu - Al - Mn Shape Memory Alloy, 54 (2013) 2044–2048.
 - [48] H. Yin, Y. Yan, Y. Huo, Q. Sun, Rate dependent damping of single crystal CuAlNi shape memory alloy, *Mater. Lett.* 109 (2013) 287–290. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.07.062>.
 - [49] E. Patoor, M. El Amrani, A. Eberhardt, M. Berveiller, E. Patoor, M. El Amrani, A. Eberhardt, M.B. Determination, Determination of the Origin for the Dissymmetry Observed between Tensile and Compression Tests on Shape Memory Alloys, *J. Phys. IV*. 05 (1995) C2-495-C2-500. <https://doi.org/10.1051/jp4:1995276>.

- [50] J. Liu, W. Yan, M. Li, Tension – Compression Asymmetry of Superelasticity in Unidirectionally Solidified Cu-Al-Mn Shape Memory Alloy, *J. Mater. Eng. Perform.* 29 (2020) 289–295. <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04588-1>.
- [51] S. Kise, Y. Araki, T. Omori, R. Kainuma, Orientation Dependence of Plasticity and Fracture in Single-Crystal Superelastic Cu-Al-Mn SMA Bars, *J. Mater. Civ. Eng.* 33 (2021) 04021027. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0003568](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0003568).
- [52] J. Ortin, L. Delaey, Hysteresis in shape-memory alloys, *Int. J. Non. Linear. Mech.* 37 (2002) 1275–1281. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7462\(02\)00027-6](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0020-7462(02)00027-6).
- [53] S.M. Ueland, Y. Chen, C.A. Schuh, Oligocrystalline Shape Memory Alloys, (2012) 2094–2099. <https://doi.org/10.1002/adfm.201103019>.
- [54] N.H. Lu, C.H. Chen, Inhomogeneous martensitic transformation behavior and elastocaloric effect in a bicrystal Cu-Al-Mn shape memory alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 800 (2021) 140386. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140386>.
- [55] H. Cho, S. Nagamatsu, T. Sasaki, Study on Buckling Characteristics of a Convex Tape-Shaped Ti-Ni Shape Memory Alloy Element for Application to Passive Vibration Isolator Devices and Force Limit Devices, *Actuators*. 11 (2022) 88. <https://doi.org/10.3390/act11030088>.
- [56] H. Kato, S. Miura, Effect of Grain Boundary on Superelastic Deformation of Cu-Al-Mn Shape Memory Bicrystals, *Mater. Sci. Forum.* 394–395 (2002) 205–208. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.394-395.205>.
- [57] S. Materials, Low-cycle fatigue behavior of Cu – Al – Mn superelastic alloys at different, *Smart Mater. Struct.* (2022). <https://doi.org/10.1088/1361-665X/ac97d3>.
- [58] K.C. Shrestha, Y. Araki, T. Kusama, T. Omori, R. Kainuma, Functional Fatigue of Polycrystalline Cu-Al-Mn Superelastic Alloy Bars under Cyclic Tension, *J. Mater. Civ. Eng.* 28 (2016) 04015194. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)mt.1943-5533.0001417](https://doi.org/10.1061/(asce)mt.1943-5533.0001417).
- [59] S. Miyazaki, T. Kawai, K. Otsuka, On the origin of intergranular fracture in β phase shape memory alloys, *Scr. Metall.* 16 (1982) 431–436. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(82\)90167-3](https://doi.org/10.1016/0036-9748(82)90167-3).
- [60] J. Liu, H. Huang, J. Xie, The roles of grain orientation and grain boundary characteristics alloys, *J. Mater.* 64 (2014) 427–433. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.070>.
- [61] H. Huang, Y.-Z. Zhu, W.-S. Chang, Comparison of Bending Fatigue of NiTi and CuAlMn Shape Memory Alloy Bars, *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2020 (2020) 1–9. <https://doi.org/10.1155/2020/8024803>.
- [62] H. Sakamoto, Y. Kojima, K. Shimizu, Fatigue and Fracture Characteristics of Polycrystalline Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys, *Trans. Japan Inst. Met.* 23 (1982) 585–594. <https://doi.org/https://doi.org/10.2320/matertrans1960.23.585>.
- [63] T. Ishii, H. Cho, A. Urakawa, T. Sasaki, Finite element method analysis of effect of thickness of tape-shaped Ti-Ni shape memory alloy on post-buckling behavior, *Sensors Mater.* 32 (2020) 2841–2849. <https://doi.org/10.18494/SAM.2020.2886>.
- [64] R.T. Watkins, B. Reedlunn, S. Daly, J.A. Shaw, Uniaxial, pure bending, and column buckling.pdf, *Int. J. Solids Struct.* 146 (2018) 1–28. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2018.01.037>.