課題番号 02404

２０２４年度　各務記念材料技術研究所共同研究報告書

研究課題名	多層カーボンナノチューブの引張強度におよぼす欠陥量の影響の電子顕微鏡内引張試験による評価
重点課題	Ⅲ－Ｂ（省エネルギーと構造），Ⅲ－Ｃ（省エネルギーと物性）
新規・継続	新規
研究代表者	シマムラ　ヨシノブ
氏名	島村　佳伸
所属機関・部局・職名	静岡大学・工学領域機械工学系列・教授

研究目的

本研究は軽量高強度な材料の創製による機械システムの省エネルギー化に寄与するため，多層カーボンナノチューブの強度発現を妨げる因子を実験的に明らかにすることを目的としている．

実験内容と研究成果

【実験内容】

○供試材

多層カーボンナノチューブ（静岡大学井上翼教授提供），直径 10nm，30nm，40nm，いずれも長さ数 100 μ m

○熱処理

熱処理無し，2,200℃，2,800℃の３水準．ラマン顕微鏡（XploRa-SPI，堀場製作所）を用いて結晶化度（ラマンスペクトルの G-band と D-band の比 I_G/I_D で表すことができる）を分析した結果を図１に示す．３水準の結晶化度を持つ多層カーボンナノチューブ（MWNT）を用意できたことがわかる．

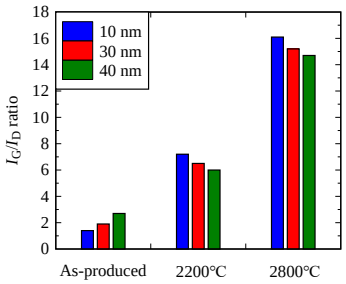

図１　結晶化度

○実験方法

直径 3 水準×結晶化度 3 水準＝9 条件の MWNT 単体の引張試験を，各務記念材料技術研究所所有の走査型電子顕微鏡（SEM）（SU3500，日立製作所）内で実施し，引張試験を試みた．具体的には，切断した透過型電子顕微鏡用のグリッドのエッジに MWNT を付着させることで MWNT を自立させた試料を事前に用意し（図２），次に，SEM のチャンバー内にて，チャンバー内に設置されたピエゾ素子駆動のマニピュレータにとりつけた原子間力顕微鏡のカンチレバー（PPP-CPMTR-10，NANOSENSORS）の先端に自立した MWNT の端部を付着させ，顕微鏡画像を撮影しながら，カンチレバーを動かして，MWNT が破断するまで引っ張る．このとき，MWNT 破断直前のカンチレバーの傾きから，MWNT に作用する最大引張荷重を推定可能であり，これを MWNT の断面積（本研究では中実と仮定）で除すことで引張強さが計算できる．SEM 中引張試験の様子の模式図を図３に示す．

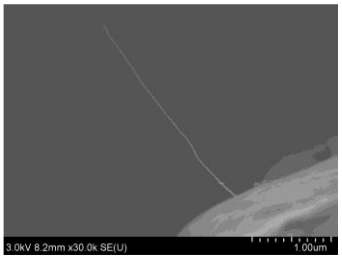

図２　自立した MWNT

【研究成果】

○研究成果

直径 3 条件×結晶化度 3 条件の計 9 条件の MWNT について SEM 中引張試験を試みたが，最も直径が細い直径 10 nm の MWNT についてはすべての結晶化度の試料についてうまく引張試験はできず，残念ながら引張強度を得ることができなかった．一方，直径 30 nm と 40 nm の MWNT については，すべての条件で最低 1 本は成功し，計 9 本の引張試験に成功した．

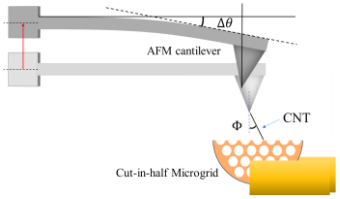

図３　SEM 中引張試験の様子

得られた引張強さをプロットしたものを図４に示す．縦軸は MWNT 単体の引張強さ（断面積は中実と仮定して計算），横軸は MWNT の直径（実測値）度であり，□のプロットが熱処理前，○のプロットが熱処理条件 2,200℃，△のプロットが熱処理条件 2,800℃の結果を表している．

まず直径の影響に着目すると，同じロットの MWNT であれば，直径が小さいほど引張強さが高くなる傾向が見られた．これは従来から知られているとおりの結果となった．次に結晶化度（熱処理温度）の影響に着目すると，直径 30 nm の MWNT の場合は，熱処理により引張強さが大きく低下していることがわかる．一方，直径 40 nm の MWNT の場合には，熱処理前の引張強さが 1 つしか得られなかったことを考慮する必要はあるが，実験の範囲では結晶化度が引張強さに及ぼす影響は小さいといった結果となった．以上の結果は，MWNT においては，結晶化度の向上（グラフェン中の欠陥量の減少）は必ずしも MWNT 単体の引張強さの向上につながらないことを意味しており，すなわち，MWNT の引張強度は単純に結晶化度だけでは決まらず，MWNT の外層から内層への荷重伝達などの因子も考慮に入れる必要があることを意味している．

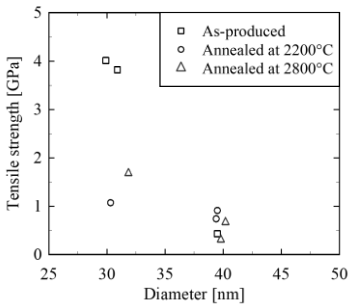

図４　MWNT の引張強度

○応募時の申請で掲げた予想結果に対してどこまで達成できたか

想像以上に難易度が高い実験であったため，当初想定にくらべて成功した実験が少なく，また直径 10 nm の MWNT については引張強さの取得そのものができなかった．そこで，当初の研究目的の達成のため，本テーマで継続申請を行い，引き続き実験を実施していきたいと考えている．

研究成果の公表状況（論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財）

なし