SiC 表面分解法による高配向カーボンナノチューブ膜の界面強度の研究

Strength at the interface of aligned carbon nanotube film produced by surface decomposition of SiC

月山 陽介 (名古屋大学)

エマニュエル オドラス (名古屋大学)

Yosuke Tsukiyama, Nagoya University

Emmanuel Audras, Nagoya University

野老山 貴行 (名古屋大学)

楠 美智子 (名古屋大学)

梅原 徳次 (名古屋大学)

Takayuki Tokoroyama, Nagoya University

Michiko Kusunoki, Nagoya University

Noritsugu Umehara, Nagoya University

Key Words: carbon nanotube, scratch test, interface, finite element analysis

1. 緒論

カーボンナノチューブ (CNT) は、グラフェンシートを管状にした構造をしており機械的強度、柔軟性、熱伝達率、アスペクト比が非常に大きい等の特徴を有する。ナノメートルオーダーのサイズで高いアスペクト比を有する形状を利用し、すでに AFM の探針等に実用化されている。しかし、大量の CNT を有効に応用した例はまだなく、そのような方法として CNT の配向化に対する取り組みがなされ、CVD 法など様々な生成方法が開発された。その中でも JFCC の楠らによって開発された SiC 表面分解法による高配向 CNT 膜⁽¹⁾ (以下、高配向 CNT 膜) は、図 1 に示すように、CNT が SiC 基板から垂直に配向しており、特に、界面においては CNT が基板と共有結合していると考えられることから膜として非常に高い密着性を有する。そのため摩擦材料としての応用が期待されるが、SiC 基板との界面で CNT 膜が剥離することが考えられるため、摩擦材として使用可能な条件を明らかにすることやそのメカニズムを解明することが急務の課題である。そのため本研究では原子間力顕微鏡 (AFM) を用いたナノスクラッチ試験による実験結果と有限要素解析による解析を照合することにより界面強度を推定した。

Fig.1 Cross section of CNT film by TEM⁽¹⁾

2. 実験装置及び方法

本研究では試験片として単結晶 SiC の表面分解法による高配向 CNT 膜を用いた。CNT の層数および直径は平均で 5 および 5 nm でありほぼ均一である。CNT 長さがそれぞれ、25, 50, 100 および 210 nm の 4 種類の試験片を用意し、図 1 に示すように CNT の長さはそれぞれの試験片においてほぼ均一と考えられる。

試験片は基板から垂直に配向した構造をしており、また、CNT の長さ (膜厚) は 200 nm 程度と小さいため、界面強度、

すなわち CNT の根元の強度を求めるために AFM (SPA400, SII) によるナノスクラッチによる方法を考案した。カンチレバーは先端径が 100 nm のダイヤモンドカンチレバー (Si-DF40d, SII) であり、縦荷重はカンチレバーの鉛直方向のたわみ量、横荷重 (摩擦力) はねじれ角から計測する。また、縦荷重は入力値に対して一定となるようにフィードバック制御されている。

図 2 に本試験方法の概要を示す。まず、カンチレバーに高荷重 (5 μN 程度) を負荷し、CNT 膜が縞状に残るように CNT 膜上をスクラッチ (図中 x 方向) して CNT 膜を部分的に取り除いた。取り除かれた面は SiC 基板が露出している。残した縞の幅はそれぞれ 200, 400, 600, 800 および 1000 nm とした。その後、縞に対して垂直方向 (図中 y 方向) にスクラッチ試験をした。この時スクラッチ毎に荷重を一定量 (200 nN) ずつ増加させ AFM の探針が縞状部分を取り除くことが出来たときの荷重を臨界荷重とした。また、これらの実験はプログラムを用いることで全ての試験片に対して同じ条件で行い、試験後の表面は AFM と FE-SEM を用いて詳細に観察し、はく離を確認した。

また、得られた実験結果と有限要素解析結果を照合することで、界面におけるせん断強度を推定した。

Fig. 2 Scheme of scratching test

3. 実験結果及び考察

3-1 臨界はく離荷重

図 3 に CNT の長さが 25, 50, 100, 210 nm の試験片について AFM を用いたスクラッチ試験により計測した垂直方向の臨界荷重を示す。また図 4 にそのときの横方向 (摩擦力) の臨界荷重を示す。図 3 よりに溝の幅の増加と共に臨界荷重が増加するがその後一定となることが分かる。これは、縞の幅が大きくなると、その中に含まれる CNT の本数が増加するた

め, CNT 同士の相互作用により臨界荷重が大きくなったと考えられる。また, その効果は縞の幅が大きくなると一定となると考えられる。図 4 にはく離れた際の横荷重に及ぼす縞の幅の影響を示す。図よりにはく離れた際の横荷重も縞の幅の増加と共に増加することが分かる。なお, CNT 長さの影響として 25, 50 及び 50nm においてが明確な傾向が得られていないがこれは試験後の表面の詳細な観察より臨界荷重下において取り除かれた部分の面積は試験片毎に異なるためであり今後詳細な検討が必要である。

3-2 有限要素解析

次にサイバネット社の汎用有限要素解析ソフト Ansys 11.0 を用いた解析モデルを図 5 に示す。荷重が臨界荷重に満たない場合には探針先端は CNT の縞状部分を取り除くことができずに乗り越えていくと考えられ, また, 臨界荷重よりも大きい場合は CNT の縞状部分を取り除くが, 荷重の一部は SiC 基板と CNT の縞状部分の両方から支持される。臨界荷重下においては, 探針は縞状部分を取り除くが CNT 膜上に全荷重が作用していると考えられるため, 図のように縞状部分をモデル化した部分の左上隅に点荷重として実験結果から得られた垂直方向臨界荷重およびそのときの横荷重を定義するようなモデルを作成し, 界面におけるせん断応力分布を求めた。その結果を図 6 に示す。この時 CNT 膜のヤング率はグラファイトの面内ヤング率⁽²⁾と単位面積辺りの CNT の充てん率および層数から算出した値を用いた。界面においてせん断応力の最大値が強度を上回ったときに CNT 膜が取り除かれると考えられる。図から CNT 長さの異なるそれぞれの試験片の最大値はほぼ等しく約 180 MPa であった。この結果より CNT の界面強度を 180 MPa と推定した。

4. 結論

SiC 表面分解法による高配向 CNT 膜について, 界面強度を推定するために, AFM を用いたナノスクラッチを行い, CNT 膜を縞状に残した部分に対してスクラッチを行うという方法を考案し CNT 膜の縞状部分がはく離するときの臨界荷重を求めた。

ナノスクラッチ試験による実験結果と有限要素解析による解析結果を照合することで, CNT 膜の界面におけるせん断応力分布を求め, 界面強度がおおよそ 180 MPa であると推定した。

Fig. 3 Critical normal load

Fig. 4 Lateral force under critical normal load

Fig.5 Model of finite element analysis

Fig. 6 Stress distribution at the interface

参考文献

- (1) Kusunoki, M., Suzuki, T., Hirayama, T. and Shibata, N., Physica B, Vol. 323, (2002), pp.296-298.
- (2) Ruoff, R.S. and Lorents, D.C., Carbon, Vol. 33, No.7, (1995), pp. 925-930.