

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 4月15日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(A)

研究期間：2009～2012

課題番号：21246021

研究課題名（和文）ナノ組織制御薄膜応用遠隔動ひずみ分布計測システム

研究課題名（英文）Remote dynamic-strain-distribution measurement system using a nano-scale texture-controlled thin film

研究代表者 三浦 英生 (MIURA HIDEO)

東北大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：90361112

研究成果の概要（和文）：21世紀における「安全で安心な社会構築」を推進するため、各種構造物の稼動、運転状態における材料あるいは構造の健全性と実働負荷の評価を目的に、多層カーボンナノチューブを用い、薄膜プロセスを応用して最小空間分解能 50 μm の二次元の超高感度ひずみ分布センサの開発に成功した。また、マイクロ波（電磁波）を応用し、数 MHz～100 GHz の周波数領域を利用することで、非接触ひずみ測定も可能であることも実証した。

研究成果の概要（英文）：A two-dimensional strain distribution sensor has been developed by applying multi-walled carbon nanotubes. The spatial resolution of the sensor was 50 μm , and its maximum gauge factor was 600. Dynamic strain was successfully measured at 1 kHz by using a micron wave at 99 GHz. These results clearly indicate that the developed sensor is effective for monitoring the strain on the surface of operating machines for assuring their integrity.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	11,000,000	3,300,000	14,300,000
2010年度	12,100,000	3,630,000	15,730,000
2011年度	5,600,000	1,680,000	7,280,000
2012年度	5,600,000	1,680,000	7,280,000
年度			
総計	34,300,000	10,290,000	44,590,000

研究分野：工学（破壊予知と破壊制御（ナノ構造体強度信頼性））

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：材料設計、物性・評価、ひずみ、計測、非破壊検査、カーボンナノチューブ、分子動力学、第一原理

1. 研究開始当初の背景

構造物の健全性あるいは寿命評価は、定期検査等でのき裂検出検査に基づきなされていた。き裂の発生位置が特定できる場合でも検査時に圧縮残留応力が存在した閉口き裂

の検査は困難な場合がある。また、大型構造物で破壊場所が正確に予測できない場合には、検査そのものが時間的にも極めて困難な場合が多い。このため、想定外の位置における破壊が繰り返し発生し、構造物の健全性や

実働負荷のオンラインモニタリング技術開発への要望が強まっている。しかし、特に高速回転を伴い移動する構造物の実働負荷を実時間計測する技術は実質的に存在せず、定期検査時のX線や超音波を使用した非破壊き裂検出が採用されてきたが、不特定多数の任意位置の検査は時間的にも困難であり、定量的な寿命評価には限界があった。また、実働負荷計測には従来ひずみゲージが多用されてきた。材質には金属ひずみゲージ（ゲージ率：約2）、半導体ひずみゲージ（ゲージ率：数10～100）などが用いられている。金属ひずみゲージの感度は低いが、安価で容易に使用できる。一方、半導体ひずみゲージは高感度であるものの、材質が脆性材料であることから加速度センサ等いわゆるパッケージングが不可欠であり、価格も相対的に高価である。いずれも電気抵抗変化の計測からひずみを測定することから電気配線が不可欠であり、このため高速回転体あるいは運動物体の動ひずみの実時間計測には応用が限定されるとともに、多点計測は実質的には不可能でありほとんど実用化されてはいなかった。

2. 研究の目的

21世紀における「安全で安心な社会構築」を推進するためには、各種構造物の稼働、運転状態における材料あるいは構造の健全性と実働負荷の評価が極めて重要である。近年の事故の多くが高速回転あるいは運動している物体あるいは繰り返し負荷を受ける構造物の疲労破壊に起因したものである。そこで本研究では、構造物表面あるいは内部に作用している実働負荷を実時間で非接触計測することを目的に、軸方位を配列させたカーボンナノチューブを分散させた樹脂フィルムを構造物表面に塗布あるいは接着させ、その抵抗変化を電磁波を応用して測定することで実働負荷（ひずみ<100 ppm）を非接触

で実時間計測するオンラインモニタリングシステムを開発することを目的とする。

3. 研究の方法

本研究では、実社会の多様な構造物、特に回転体や運動体の動ひずみのオンラインモニタリングを可能とし、安全で安心な社会基盤の構築とその健全性評価の実現を目的に、多層カーボンナノチューブ（Multi-Walled Carbon Nano Tube: MWCNT）のみを使用し、その配向性を制御して樹脂薄膜中に分散させる技術を開発し、安定した半導体ひずみゲージと同等以上の高感度の実現と、動ひずみを100 ppm以下の分解能で実時間非接触測定する技術とその具体的な測定システムを世界に先駆け開発する。樹脂中に分散させるMWCNTの配向性の制御方法として、1) ナノ粒子分散結晶核制御による化学気相蒸着（Chemical Vapor Deposition: CVD）法により林立したMWCNTを成長させた後、樹脂を分散させて硬化させる方法を用い、実用性の高い量産性に優れたひずみ測定薄膜製造技術を開発する。さらに、マイクロ波を微細プローブを介して照射し、その反射波強度を測定することで、ひずみに依存して大きく変化するMWCNT分散樹脂の抵抗変化を検出することで、構造物表面に作用している動ひずみを実時間でモニタリングする遠隔動ひずみ分布測定システムを構築する。

4. 研究成果

本研究では、薄膜プロセスを応用して、空間分解能50 μmの二次元の超高感度ひずみ分布センサの開発に成功した。センサのゲージファクターとして最低でも100～600を実現でき、当初目標のひずみ測定分解能100 ppm以下を達成できることを実証した。また、MWCNTの交流インピーダンスのひずみ依存性に基づき、マイクロ波（電磁波）を応用し、

数 100 MHz の周波数領域を利用することで、非接触ひずみ測定が可能であることも実証した。本研究成果に関して国際学会（13th International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems, Lisbon, Portugal, April 16, 2012）の基調講演に採択されるとともに、担当した学生が日本エレクトロニクス実装学会より研究奨励賞，日本機械学会より独創学生研究賞を受賞するなど，研究成果は国内外で高く評価されている。以下代表的な成果につき説明する。

(1) 二次元ひずみ分布センサの開発

図 1 にセンサの試作工程概要図を示す。二次元のひずみ分布計測を可能とするため，本研究では薄膜加工技術を応用し，上下で直交する配線層間に MWCNT をエリアアレイ上に配列させた構造を直径 2 inch の単結晶シリコン基板上に作製した。まず，表面を熱酸化した単結晶シリコン基板上にスパッタ法で Ti を堆積し，下層配線となる薄膜配線パターンを形成した。その後形成した Ti 配線上に，MWCNT を成長させる触媒ともなる鉄微粒子をアークプラズマ法で堆積させた。この場合，堆積させる鉄の薄膜層厚さに依存して，その後の熱処理で凝集成長するナノ鉄粒子の分散状態が変化し，結果としてその後に成長する MWCNT の成長形態も屈曲したランダム形状から直線状に成長する形状まで複雑に変化するため，本試作においては安定して直線状に成長させる条件として膜厚は 5 nm とした。膜堆積後に周期的に MWCNT が成長するようエッチング加工を施した。次に，熱 CVD (Chemical Vapour Deposition) 法を応用して MWCNT を成長させた。原料ガスには窒素で 18% に希釈したアセチレンガスを使用した。堆積圧力は 0.1 MPa，堆積温度は 750°C とし

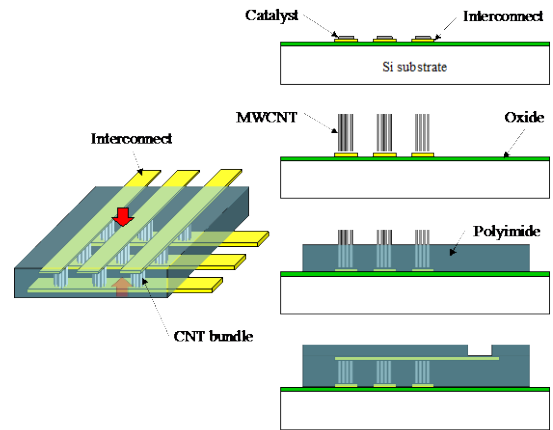
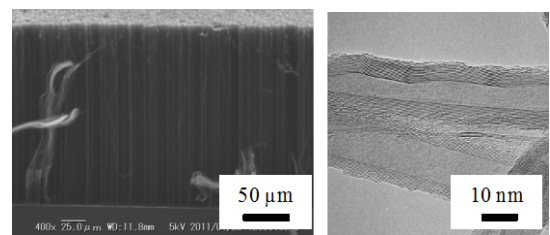


図 1 二次元ひずみセンサ製造プロセス



(a) MWCNT 断面構造 (b) MWCNT 詳細構造

図 2 MWCNT 電子顕微鏡観察例

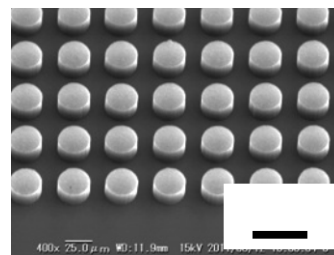


図 3 MWCNT バンドルの二次元配列構造

た。成長した MWCNT の形状と走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡を使用して観察した例を図 2 に示す。同図 (a) は走査型電子顕微鏡で観察した断面構造例で，CNT が約 250 μm の高さで直線状に成長していることが確認された。同図 (b) は透過型電子顕微鏡を使用した詳細構造観察例であり，成長した CNT が層数約 10 層からなる直径約 15 nm の多層 CNT であることを確認した。図 3 に二次元アレイ状に成長させた MWCNT の外観図を示す。直径約 20 μm の MWCNT からなる柱状構造が二次元

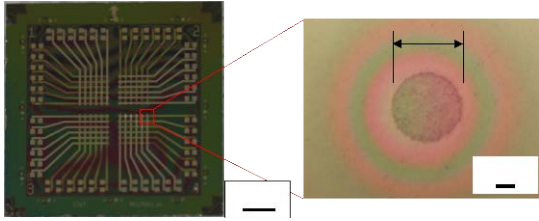


図4 二次元ひずみ分布センサの外観

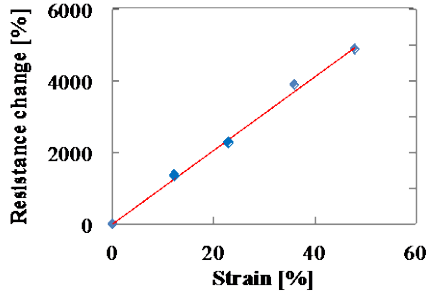


図5 試作ひずみセンサ感度測定例

アレイ状に周期的に成長していることが確認できる。次に、隣接するMWCNTからなる柱状構造（バンドル）を電氣的に絶縁するためポリイミド膜をスピコート法で含浸させ、その後熱硬化させた。この後表面を平坦化するため機械化学研磨を実施、表面に上層配線を形成した。上下配線とMWCNTの接続状態観察例を図4に示す。本試作例では、MWCNTバンドルの直径は約20 μmで配列周期は約500 μmとしている。

試作センサ全体に一樣な圧縮ひずみを負荷させ、各MWCNTバンドルの直流抵抗変化を四探針法で測定した。測定時の電流は10 mA一定とし、圧縮ひずみ負荷に伴う電圧出力の変動を測定した。図5に抵抗変化測定例を示す。図の横軸は負荷した圧縮ひずみで、縦軸は初期抵抗で規格化した相対抵抗変動率である。本測定例では、抵抗値は負荷ひずみにほぼ比例して単調に増加することを確認した。負荷ひずみに対する抵抗の変化率、すなわちひずみゲージのゲージ率として約100が得られた。

(2) 非接触ひずみ測定技術の開発

CNT分散樹脂反射率の周波数特性を予測するため、CNT分散樹脂のインピーダンス周波数特性を実測した。測定周波数領域は1 kHz から10 MHz である。試料は Polyisopropylene ゴム中にCNTを6.0 vol%配合したものであり、寸法は25 mm×35mm×0.5 mm である。図6に試料の複素インピーダンス測定結果を示す。11%までのひずみの負荷により、インピーダンスの絶対値が数倍に増加し、100 kHz～数 MHz の範囲で最大で約10° の位相のずれが見られた。インピーダンスの実部はひずみにほぼ比例して単調に増加した。虚部は特定の周波数で極値を持ち、極値を示す周波数は、ひずみの増加に伴い数100 kHz から数10 kHz まで減少する傾向が見られた。したがって、この複素インピーダンス変化を検出することで、負荷ひずみを遠隔計測することが可能になるものと考えられる。

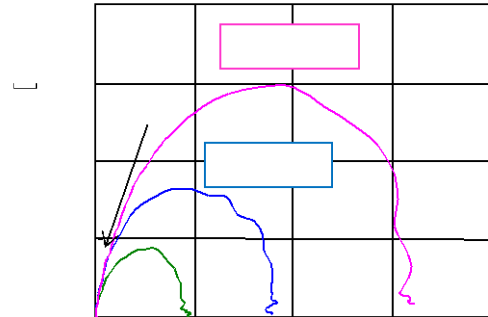


図6 MWCNT 複素インピーダンスのひずみ依存性測定例

周波数99 GHz のマイクロ波を用い四点曲げ試験法を応用して周期1 ms の正弦波負荷を与え、非接触動ひずみ測定の可能性を検討した例を図7に示す。ひずみ振幅変化をゲージ率換算約10で検出できることを確認した。

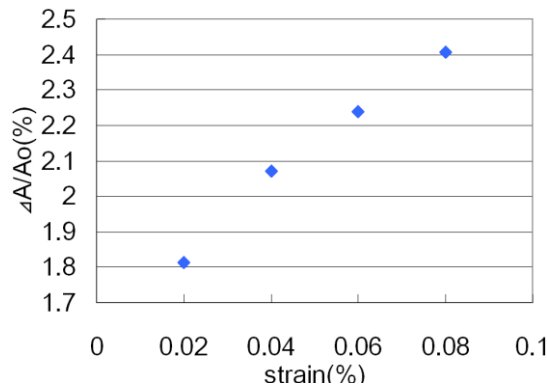


図7 マイクロ波による非接触ひずみ計測

したがって、マイクロ波を応用することでCNT分散樹脂の電気抵抗変化を非接触で測定可能であることを実証できたものと考えている。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 25 件)

- ① Masato Ohnishi, Hiroshi Kawakami, Yusuke Suzuki, Ken Suzuki, Hideo Miura, “ANISOTROPIC STRAIN- FIELD-INDUCED CHANGE OF THE ELECTRONIC CONDUCTIVITY OF GRAPHENE SHEETS AND CARBON NANOTUBES”, Proc. of ASME 2012 International Mechanical Engineering Congress & Exposition, (IMECE2012), 査読有, No. 87347, 2012, pp.1-6.
- ② 鈴木悠介, 大橋悠輔, 大西正人, 鈴木研, 三浦英生, 「カーボンナノチューブ応用二次元ひずみ分布計測センサの試作」, 日本機械学会論文集 (A 編), 査読有, 78 巻, 2012, pp.689-693.
- ③ M. Ohnishi, H. Kawakami, Y. Suzuki, K. Suzuki, and H. Miura, “Change of the Electronic Conductivity of CNTs and Graphene Sheets Caused by Three-dimensional Strain Field”, Proc. of Nanotech 2012, 査読有, Vol.1, 3. Carbon Nano Structures & Devices, 2012, pp. 260-263.
- ④ Masato Ohnishi, Ken Suzuki, Hideo Miura, Yusuke Suzuki, and Yusuke Ohashi, “Change of the Electronic Conductivity of Carbon Nanotubes and Grapheme Sheets Caused by a

Three-Dimensional Strain Field”, Proc. of ASME InterPACK2011, Multi Physics Based Reliability, 査読有, No. 52057, 2011, pp.1-6.

- ⑤ Yusuke Ohashi, Yusuke Suzuki, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Non-Contact and Remote Measurement Method of the Change of the Electrical Conductivity of Carbon Nanotubes-Dispersed Resin under Strain”, Proc. of ASME InterPACK2011, 査読有, No. 52064, 2011, pp.1-6.
- ⑥ 鈴木悠介, 大西正人, 鈴木研, 三浦英生, 「カーボンナノチューブ電気伝導特性に及ぼすひずみの影響」, 日本機械学会論文集 (A 編) 77 巻, 2011, pp.91-95.
- ⑦ Yusuke Suzuki, Yusuke Ohashi, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Two-Dimensional Strain-Distribution Sensor Using Carbon Nanotube”, Proc. of International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2011, 査読有 No. OS20-3-2, 2011, pp. 1-8.
- ⑧ Masato Ohnishi, Katsuya Ohsaki, Yusuke Suzuki, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Nanostructure Dependence of the Electronic Conductivity of Carbon Nanotubes and Grapheme Sheets”, Proc. of 2010 ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, 査読有, TRACK 5 Electronics and Photonics, No. 37277, 2010, pp. 1-6.
- ⑨ Katsuya Osaki, Hideki Fuji, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “REMOTE STRAIN MEASUREMENT BY MULTI-WALLED CARBON NANOTUBE-DISPERSED RESIN”, Proceedings of the ASME 2009 Inter PACK Conference, 査読有, No. 89146, 2009, pp. 1-6.
- ⑩ Katsuya Ohsaki, Hideki Fuji, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Multi-walled Carbon Nanotube-Dispersed Resin Films for Remote Strain Measurement”, Extended Abstracts of the 2009 International Conference on Solid State Devices and Materials, 査読有, 2009, pp. 1126-1127.

[学会発表] (計 33 件)

- ① 鈴木研, 大西正人, 三浦英生, 「カーボンナノチューブやグラフェンシートの子電子バンド構造に及ぼす三次元ひずみ場の影響解析」, 応用物理学会分科会シリコンテクノロジー, Nov. 15, 2012, 東京.

- ② Hideo Miura, “Mechanics, Strength and Reliability of Materials in Nano- and Micro Scales”, 2nd Annual World Congress of Nanoscience and Nanotechnology 2012, Oct. 26, 2012, Qingdao, China.
- ③ Hideo Miura, “Anisotropic Strain-Field-induced Change of the Electronic Conductivity of Graphene Sheets and Carbon Nanotubes”, 13th International Conference on Thermal, Mechanical and Multi-Physics Simulation and Experiments in Microelectronics and Microsystems, April 16, 2012, Lisbon, Portugal.
- ④ Ken Suzuki, Yusuke Suzuki, Yusuke Ohashi, Masato Ohnishi, and Hideo Miura, “Development of Two-Dimensional Strain-Distribution Sensor Using Carbon Nanotube-Dispersed Resin”, International Conference on SOLID STATE DEVICES AND MATERIALS 2011, Sep. 29, 2011, Nagoya, Japan.
- ⑤ Yusuke Ohashi, Yusuke Suzuki, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, Hideo Miura, “Non-Contact and Remote Measurement Method of the Change of the Electrical Conductivity of Carbon Nanotubes-Dispersed Resin under Strain”, ASME InterPACK2011, July 11, 2011, Portland, Oregon, USA.
- ⑥ 三浦英生, 「ナノ・マイクロスケールの材料力学と強度信頼性」, 日本機械学会 M&M2011, July 17, 2011, 福岡.
- ⑦ Yusuke Suzuki, Yusuke Ohashi, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Two-Dimensional Strain-Distribution Sensor Using Carbon Nanotube-dispersed Resin”, ASME InterPACK2011, July 10, 2011, Portland, Oregon, USA.
- ⑧ 三浦英生, 「マイクロひずみ分布センサチップによる実装応力(ひずみ)の評価」, エレクトロニクス実装学会 2010 ワークショップ, Oct. 28, 2010, Shizuoka, Japan.
- ⑨ Yusuke Suzuki, Masato Ohnishi, Ken Suzuki, and Hideo Miura, “Remote Non-contact Strain Sensor Using Carbon Nanotube-dispersed Resin”, IMPACT Conference 2010, Oct. 21, 2010, Taipei Taiwan.
- ⑩ Ken Suzuki, Katsuya Ohsaki, and Hideo Miura, “Multi-walled Carbon Nanotube-Dispersed Resin Films for Remote Strain Measurement”, 2009

International Conference on Solid State Devices and Materials, Sendai, Japan, Oct. 8, 2009.

[その他]

ホームページ等

<http://www.miura.rift.mech.tohoku.ac.jp>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

三浦 英生 (MIURA HIDEO)

東北大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：90361112

(2) 研究分担者

鈴木 研 (SUZUKI KEN)

東北大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：40396461