

令和 6 年 6 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14489

研究課題名（和文）高疲労特性の発現を目指した革新的カーボンナノチューブファブリックと複合材料の開発

研究課題名（英文）Development of innovative carbon nanotube fabrics and their composites aiming the appearance of superior fatigue properties

研究代表者

小川 文男（Ogawa, Fumio）

東北大学・未来科学技術共同研究センター・学術研究員

研究者番号：00424812

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,600,000円

研究成果の概要（和文）：本研究ではカーボンナノチューブ(CNT)単体の強度を測定して、強度発現メカニズムと強度向上の手法について検討した。高温エチレンガス処理により、ラマン強度比が向上し、強度向上に有効であることを明らかにした。CNTの撚糸(ヤーン)の作製に関しては、CNTアレイの回転速度を最適化して、引き出し速度を工夫することにより、ある程度緻密で中程度の強度を有したヤーンを作製できた。今後の課題としてはヤーンをさらに、緻密化させることにより高強度複合材料を得ること、ヤーンの高温度熱処理により、強度最適化を図ることが挙げられる。有限要素法による織物の設計についても着手する。

研究成果の学術的意義や社会的意義

カーボンナノチューブ(CNT)は非常に優れた強度や導電率により、次世代の構造材料の強化材として期待されている。カーボンナノチューブ単体の強度を評価して、強度向上することにより、CNTの撚糸や繊維束とした場合の高強度を達成できると考えられる。本研究では高温エチレンガス処理により、ラマン強度比が上昇し、強度向上に有効であることを明らかにした。将来的に織物複合材料に適用した場合に、CNT撚糸の強度が高ければ、構造材料の安定性や耐震性に向上できるため、学術的意味は大きいと考えられる。

研究成果の概要（英文）：The strength of individual carbon nanotube (CNT) was measured and the strength appearance mechanism and the method for strength enhancement were investigated. We elucidated that high temperature ethylene treatment of CNTs was effective in raising the Raman intensity and excellent for improving CNT strength. Regarding the fabrication of CNT yarns, rotation speed of CNT array and pulling speed were optimized and yarns with middle strength could be fabricated. As the future study, further densification and infiltration of resins which will lead to the high strength composites, strength optimization via high temperature annealing are raised. Design of fabrics based on the finite element modeling should be also reported.

研究分野：機械工学

キーワード：カーボンナノチューブ 織物 設計 複合材料

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

カーボンナノチューブ(CNT)は軽く、強度が非常に高く、かつ、導電率に優れている。結び目を作っても、切れないほど柔軟性が高く、複雑な構造物の創製にも適している。これまでに、炭素繊維を強化材とする複合材料の織物が実現されているが、強度がそれほど高くなく、衝撃によって割れてしまうことが問題となっている。CNTを強化材とすることで、層間強度に優れた柔軟性の織物複合材料が作製できると考えられる。

2. 研究の目的

カーボンナノチューブ(CNT)を強化材とする高性能複合材料の作製方法、特性の設計方法を開発する。CNTを紡績したうえで、織ることで、織物とし、樹脂基複合材を作製する。紡績時のパラメータ(移動距離、回転数)および織物における織り込みの密度と強度、導電率の関係を追及する。さらに、3次元の織構造を実現するため、化学的プロセスによって水溶液からCNTの織物を作製する方法を開発する。

3. 研究の方法

主に3つの方法で研究を行う。CNT単体の強度の評価から強度を高める方法の確立を行う。CNT単体と繊維束の強度の関係を検討するとともに、CNT燃糸を熱処理して、結晶化させ、高強度化することも検討する。CNT燃糸を酸処理して、エチレンガスなどにより、表面を回復させたうえで熱処理することも検討している。次に、CNTの紡績、燃糸の作製、織り込みによる織物の作製を行う。

4. 研究成果

本報告書ではCNT単体の強度のみについて記載する。

4.1 CNT単体の強度について

CNTに対する浸炭処理を行い、ラマン強度比を評価した。C₂H₄ガス1500 Pa 2 hの熱CVD処理により、CNT表面に熱分解炭素(PyC)を蒸着した。結果を図1に示す。ただし、青い破線でまま材のラマン強度比を示している。

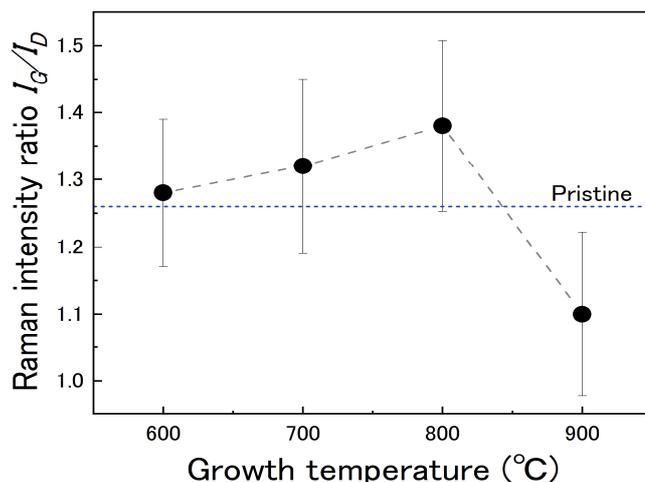


図1 エチレンガス処理温度によるラマン強度比の変化

熱処理温度が高いほど、結晶性が高くなるが、最大温度の900 °Cでは低下することが分かった。温度900 °Cで固定して、30 min熱処理した時の圧力の影響を図2に示す。

圧力250 Paでラマン強度比最大になり、それ以上の条件では下がってくる事が分かる。最適な、熱処理温度、圧力が存在することが分かる。熱処理温度による外径と内径の変化を図3に示す。内径は大きく変わらない一方で、外径は温度とともに大きくなる事が分かる

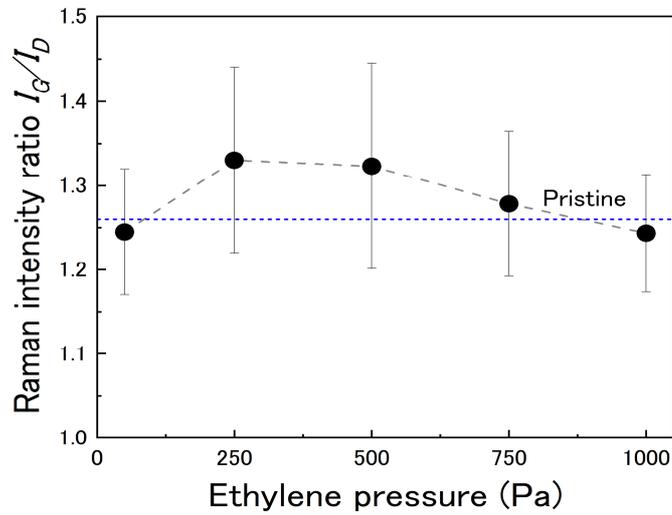


図2 エチレンガス処理圧力によるラマン強度比の変化

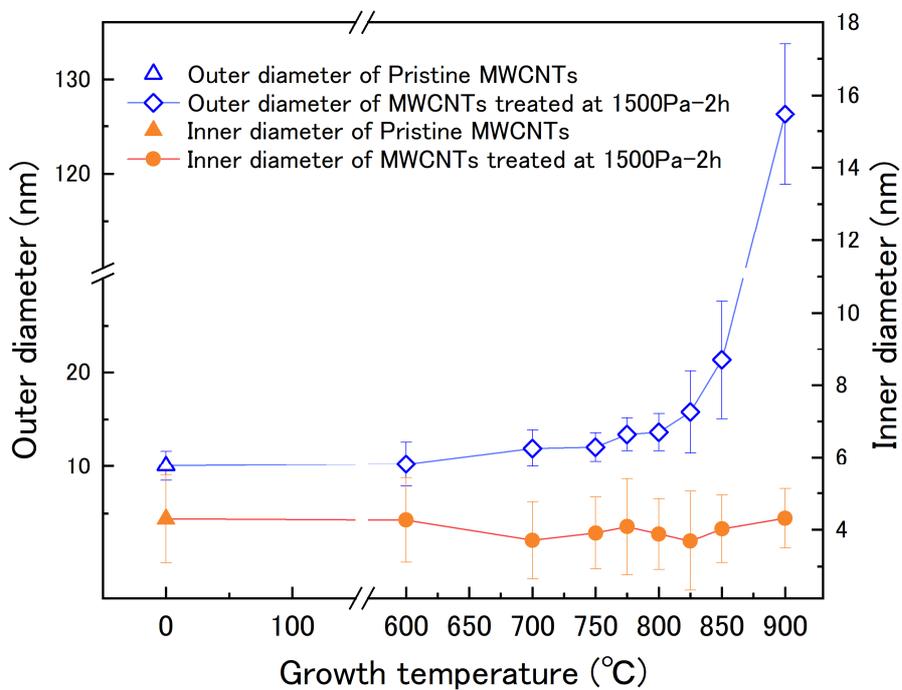


図3 エチレンガス処理温度によるCNT内径と外径の変化

図4にエチレンガス処理の圧力によるCNT内径と外径の変化を示す。圧力の上昇に伴い、内径は少し小さくなるとともに、外径は比例的に大きくなる。温度の影響については、結晶化度と外径の増加が両立するため、さらに熱処理することで大きく、強度向上できることが期待される。そこで、次に、エチレンガス処理に続いて高温熱処理を行い、ラマン強度比を評価することにした。

内径と外径は温度とエチレンガス圧力によって変化し、条件を最適化することによりCNT強度を最大化できる可能性が示唆された。

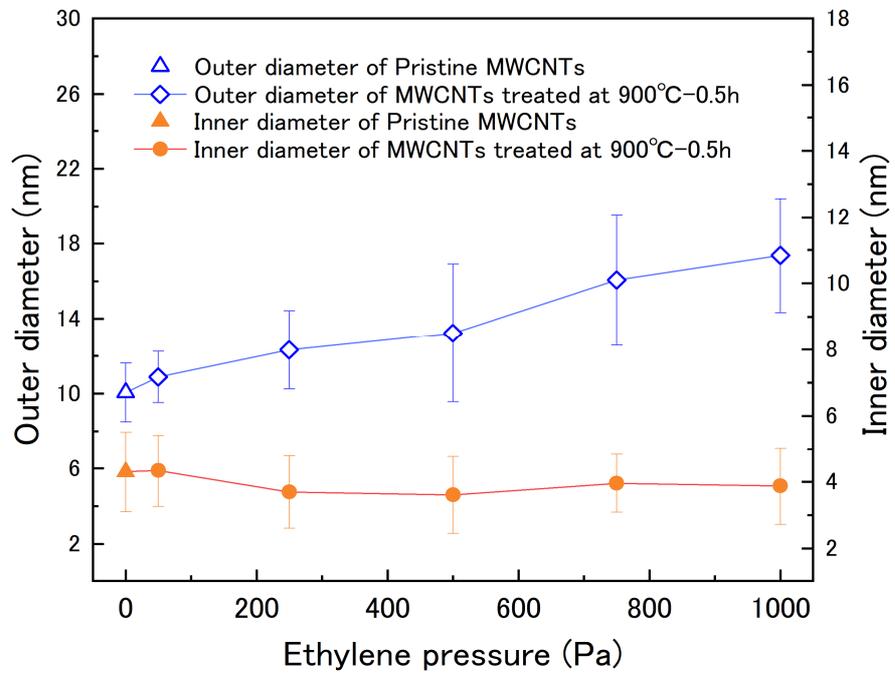


図4 エチレンガス処理圧力によるCNT内径と外径の変化

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計11件（うち査読付論文 11件 / うち国際共著 1件 / うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Fumio Ogawa, Fan Liu, Toshiyuki Hashida	4. 巻 16
2. 論文標題 Strong and flexible braiding pattern of carbon nanotubes for composites: Stiff and robust structure active in composite materials	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials, MDPI	6. 最初と最後の頁 1725
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/ma16041725	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 小川文男, 伊藤隆基, 下村啓純, 木村友哉	4. 巻 72
2. 論文標題 環状切欠きを導入した小型試験片によるガソリン中での高強度鋼の疲労限度の推定および強度低下メカニズムの検討	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 日本材料学会「材料」	6. 最初と最後の頁 53-60
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2472/jsms.72.53	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Mikio Fukuhara, Tomonori Yokotsuka, Toshiyuki Hashida, Fumio Ogawa, Tadashi Sakamoto, Mitsuhiro Takeda, Susumu Arai	4. 巻 12
2. 論文標題 A novel n-type semiconducting biomaterial	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Scientific reports, Nature Publishing	6. 最初と最後の頁 21899
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-022-26582-4	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 小川文男, 片岡亮太, 川畑美絵, 伊藤隆基, 飴山恵	4. 巻 86
2. 論文標題 調和組織制御による高強度高延性マグネシウム合金AZ31Bの創製	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 日本金属学会誌	6. 最初と最後の頁 131-139
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/jinstmet.J2022005	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Liu Fan, Nishioka Naoto, Ogawa Fumio, Hashida Toshiyuki	4. 巻 123
2. 論文標題 Radial growth kinetics of epitaxial pyrolytic carbon layers deposited on carbon nanotube surfaces by non-catalytic pyrolysis	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Diamond and Related Materials	6. 最初と最後の頁 108857 ~ 108857
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.diamond.2022.108857	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Kimura Yuya, Ogawa Fumio, Itoh Takamoto	4. 巻 34
2. 論文標題 Fatigue Property of Additively Manufactured Ti-6Al-4V under Nonproportional Multiaxial Loading	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Chinese Journal of Mechanical Engineering	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1186/s10033-021-00626-8	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Ogawa Fumio, Nakayama Yuta, Hiyoshi Noritake, Hashidate Ryuta, Wakai Takashi, Itoh Takamoto	4. 巻 -
2. 論文標題 The Multiaxial Creep-Fatigue Failure Mechanism of Mod. 9Cr-1Mo Steel Under Non-proportional Loading: Effect of Strain Energy on Failure Lives	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Transactions of the Indian National Academy of Engineering	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s41403-021-00279-y	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Ogawa Fumio, Masuda Chitoshi	4. 巻 820
2. 論文標題 Fabrication and the mechanical and physical properties of nanocarbon-reinforced light metal matrix composites: A review and future directions	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 141542 ~ 141542
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2021.141542	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Nakayama Yuta, Ogawa Fumio, Hiyoshi Noritake, Hashidate Ryuta, Wakai Takashi, Itoh Takamoto	4. 巻 61
2. 論文標題 Evaluation of Multiaxial Low Cycle Creep-fatigue Life for Mod.9Cr-1Mo Steel under Non-proportional Loading	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2299 ~ 2304
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-780	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 KASAMUTA Yuuki, WATANABE Masaki, SUGIMOTO Taiki, KIMURA Yuuya, OGAWA Fumio, KAGAMI Shu, MIYAMOTO Nobuyuki, ITOH Takamoto	4. 巻 70
2. 論文標題 Fatigue Testing Equipment and Fatigue Property of a High Strength Steel in Petrol Environment	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of the Society of Materials Science, Japan	6. 最初と最後の頁 905 ~ 911
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2472/jsms.70.905	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計18件 (うち招待講演 2件 / うち国際学会 11件)

1. 発表者名 西岡尚人, Liu Fan, 小川文男, 橋田俊之
2. 発表標題 多層カーボンナノチューブの炭素含浸/アニール2段階処理による構造制御と特性評価に関する研究
3. 学会等名 日本機械学会東北支部 第58期総会・講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 土井慎平, 劉凡, 小川文男, 白須圭一, 橋田俊之
2. 発表標題 カーボンナノチューブヤーンの作製およびそのエポキシ樹脂を用いた複合化と特性評価に関する研究
3. 学会等名 日本機械学会東北支部 第58期総会・講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 小川文男, 今川裕也, 橋立竜太, 若井隆純, 旭吉雅健, 伊藤隆基
2. 発表標題 改良9Cr-1Mo鋼の高温多軸クリープ疲労寿命評価: ヒステリシスエネルギーを考慮した数式化による寿命整理の検討
3. 学会等名 第60回記念高温強度シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fumio Ogawa
2. 発表標題 Strain-energy based evaluation of the multiaxial creep-fatigue failure lives of Mod. 9Cr-1Mo steel under non-proportional loading: The failure mechanism depending on energy states
3. 学会等名 The 14th National Conference on High Temperature Materials and Strength, Zhuhai, China (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fumio Ogawa, Fan Liu, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 Proposal of braiding pattern of carbon nanotubes for the fabrication of fabric composites and consideration of mechanical properties
3. 学会等名 2nd International Conference on Carbon Chemistry and Materials (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小川文男, 劉凡, 橋田俊之
2. 発表標題 カーボンナノチューブ織物複合材料作製のための織構造の提案と機械的性質の基礎検討
3. 学会等名 日本機械学会M&M2022 材料力学カンファレンス
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小川文男, 今川裕也, 橋立竜太, 旭吉雅健, 伊藤隆基
2. 発表標題 ひずみエネルギーによる改良9Cr-1Mo鋼の高温多軸クリープ疲労寿命評価: 最大応力履歴と応力緩和が寿命整理に及ぼす影響
3. 学会等名 日本機械学会2022年度年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fan Liu, Naoto Nishioka, Shinpei Doi, Fumio Ogawa, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 High conductivity all-carbon electrical wire based on two-step annealed carbon nanotube yarn by chemical vapor infiltration and graphitization
3. 学会等名 2022 5th International Conference on Advanced Composite Materials (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fumio Ogawa, Yume Yamashita, Fan Liu, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 Development of the braiding patterns and the method for making carbon nanotube fabrics for the fabrication of isotropic strong composite materials
3. 学会等名 2022 5th International Conference on Advanced Composite Materials (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fan Liu, Shinpei Doi, Fumio Ogawa, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 Sensitive and robust piezoresistive sensor based on pyrolytic carbon-densified carbon nanotube yarn achieved by chemical vapor infiltration
3. 学会等名 5th International Conference on Materials Design and Applications (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fumio Ogawa
2. 発表標題 Strain-energy Based Evaluation of the Multiaxial Creep-fatigue Failure Lives of Mod. 9Cr-1Mo steel under Non-proportional Loading: The Failure Mechanism Depending on Energy States
3. 学会等名 14th National Conference on High Temperature Materials and Strength, China (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fan Liu, Shinpei Doi, Fumio Ogawa, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 Sensitive and Robust Piezoresistive Sensor Based on Pyrolytic Carbon-densified Carbon Nanotube Yarn Achieved by Chemical Vapor Infiltration
3. 学会等名 5th ICMDA 2022 (International Conference on Materials Design and Applications) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 賈 連增, 土井 慎平, 劉 凡, 小川 文男, 橋田 俊之
2. 発表標題 エポキシ樹脂を含浸した多層カーボンナノチューブヤーンの作製と機械特性評価
3. 学会等名 日本機械学会 東北支部第57期総会・講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Fan Liu, Naoto Nishioka, Keiichi Shirasu, Fumio Ogawa, Toshiyuki Hashida
2. 発表標題 Radial Growth Kinetics of Epitaxial Pyrolytic Carbon Layers on Carbon Nanotube Surfaces by Non-catalytic Pyrolysis
3. 学会等名 31st International Conference on Diamond and Carbon Materials (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名	Fumio Ogawa, Yuta Nakayama, Noritake Hiyoshi, Ryuta Hashidate, Takashi Wakai, Takamoto Itoh
2. 発表標題	Multiaxial Creep-fatigue Failure Mechanism of Mod. 9Cr-1Mo Steel under Non-proportional Loading: The Effect of Strain Energy on Failure Lives
3. 学会等名	8th International Conference on Creep, Fatigue and Creep-Fatigue Interaction (CF-8 Web-Conference) (国際学会)
4. 発表年	2021年

1. 発表者名	Takumi Asada, Keiwa Makino, Fumio Ogawa, Takamoto Itoh
2. 発表標題	Development of Analysis Support Program for Evaluation of Fatigue Strength under Non-proportional Multiaxial Loading
3. 学会等名	International Conference on Power Engineering 2021 (国際学会)
4. 発表年	2021年

1. 発表者名	Yuuki Fujita, Takashi Sasaki, Koichi Fukuda, Nguyen Thanh Tung, Fumio Ogawa, Toshiyuki Hashida, Kazuhiro Hane
2. 発表標題	Extension of Fracture Lifetime Of Silicon Scanning Micromirror by Coating with Atomic Layer Deposited Alumina Thin Film
3. 学会等名	21st International Conference on Solid-state Sensors, Actuators and Microsystems (国際学会)
4. 発表年	2021年

1. 発表者名	岡本賢幸, 中山雄太, 小川文男, 橋立竜太, 若井隆純, 伊藤隆基
2. 発表標題	改良9Cr-1Mo鋼の多軸クリープ疲労における寿命評価法の提案および破損機構の考察
3. 学会等名	日本材料学会 第70期通常総会 学術講演会
4. 発表年	2021年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 日本材料学会高温強度部門委員会(編集)	4. 発行年 2021年
2. 出版社 -	5. 総ページ数 461
3. 書名 Factual Database on Tensile, Creep, Low Cycle Fatigue and Creep-Fatigue of Solders	

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------