

КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА
НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ ВИСОКИХ ТЕХНОЛОГІЙ

Завідувач кафедри нанофізики
конденсованих середовищ
проф. Валерій Антонович
Скришевський Протокол №____
засідання кафедри
від “____” _____ 2023 р.

МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ВУГЛЕЦЕВОГО НАНОВОЛОКНА

Випускна кваліфікаційна робота бакалавра
студента спеціальності
105 Прикладна фізика та наноматеріали
ОП «Нанофізика та комп'ютерні технології»
Аністратенко Сніжани Василівни

Науковий керівник
доцент кафедри нанофізики
конденсованих середовищ
к.ф.-м.н. **Гаврильченко Ірина Валеріївна**

Оцінка захисту роботи

Київ – 2023р.

АНОТАЦІЯ

Аністратенко С. В. Механічні властивості вуглецевого нановолокна. – Випускна кваліфікаційна робота бакалавра за спеціальністю 105 Прикладна фізика та наноматеріали ОП «Нанофізика та комп'ютерні технології». В роботі проведено огляд літератури з теми «Механічні властивості нановолокна». Розглянуто експерименти з визначення характеристик обертання та натягу волокна, процеси створення спірально закрученого та модифікованого фторованого нановолокна. Для виконання досліджень виготовлено дві установки. У роботі проведено розрахунок повного опору пучка волокон та діаметр волокна. Встановлено, що спостерігається залежність повного опору пучка волокна від натягу. Отримані результати можуть бути використані для майбутньої розробки штучних м'язів, для протезування та при створенні нових мікроінструментів.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ, ВУГЛЕЦЕВЕ НАНОВОЛОКНО, НАТЯГ, ОБЕРТАННЯ.

Зміст

1. Вступ.....	4
2. Розділ 1. Поточний стан досліджень механічних властивостей нановолокна на основі огляду літератури.....	5
1.1. Виготовлення волокон.....	5
1.2. Порівняння волокон	10
1.3. Експерименти з визначення механічних властивостей	12
3. Розділ 2. Експериментальна частина.....	17
2.1.Опис матеріалів та обладнання для експериментальних досліджень...17	
2.2. Результати досліджень.....	26
4. Висновки	32
5. Літературні посилання.....	34
5. Додатки.....	35

Вступ

Сучасний світ живе в очікуванні чергового технологічного прориву, пов'язаного із розвитком знань про нанотехнології та застосуванням їх на виробництві, в медицині, для потреб людства. Одним із напрямків досліджень є вуглецеві волокна.

Актуальність теми: вивчення механічних властивостей вуглецевого нановолокна для можливостей подальшого застосування при створенні нових мікроінструментів та в протезуванні.

Мета роботи: проаналізувати наявну літературу з теми «Механічні властивості нановолокна». Поглянути вже проведені експерименти. Дослідити механічні властивості мануфактурного та фторованого вуглецевого нановолокна.

Знання про механічні властивості вуглецевого нановолокна необхідні при створенні нових мікроінструментів та обертових електродів, які використовуються у високочутливому електрохімічному аналізі аналіту, таким чином, усуваючи потребу у звичайному двигуні. Дані знання будуть корисними для популярного напрямку розробки м'якого штучного м'язу. Хоча на даний момент використання нановолокна для створення протезів і роботів, є мрією багатьох науковців, адже технологія на початку свого розвитку. Є багато недоліків таких як: великий розмір конструкції і можливість витікання електроліту. Хоча, створення найближчим часом штучного м'язу є малоімовірним, але цей напрямок є дуже перспективним.

Розділ 1.

Поточний стан досліджень механічних властивостей нановолокна на основі огляду літератури

1.1. Виготовлення волокон

Одним із факторів різниці між волокнами є процес виробництва. Спочатку розглянемо заводський варіант вуглецевого волокна. Найбільш вживаним варіантом виготовлення є з поліакрилонітрилу. Близько 90% вироблених вуглецевих волокон виробляють з цього матеріалу, а інші 10% виробляють з віскози або нафтопродуктової смоли. Усі ці матеріали є органічними полімерами, що характеризуються довгими ланцюгами молекул, зв'язаних разом з вуглецевими атомами. Склад кожного попередника варіюється від однієї компанії до іншої і загалом є комерційною таємницею.

Виробництво розпочинається з виготовлення попереднього поліакрилонітрильного волокна. Першим етапом акрилонітрильний пластиковий порошок змішується з іншим пластиком, і реагує з каталізатором, утворюючи поліакрилонітрильний пластик. Другим етапом спрядається саме волокно. Є декілька варіантів: пластик змішується з певними хімічними речовинами і подається через мікроскопічні форсунки до хімічної ванни або зони затвердіння, де пластик коагулюється і затвердіває в волокна; пластикова суміш нагрівається і подається через мікроскопічні форсунки до камери, де розчинники випаровуються, залишаючи тверде волокно. Процес прядіння є важливим кроком, адже під час нього формується внутрішня атомна структура волокна. Третім етапом є промивання волокон і розтягнення до бажаного діаметру. Розтягування допомагає вирівняти молекули всередині волокна і створює основу для утворення тісно зв'язаних кристалів вуглецю після карбонізації.

Після прядіння волокон їх потрібно стабілізувати перш ніж волокна будуть карбонізовані, щоб вони стали більш термостійкими. Це досягається шляхом нагрівання волокон на повітрі до приблизно 390-590° F (200-300° C) протягом 30 -

120 хвилин. Процес стабілізації є складним для виконання і включає кілька етапів, деякі з яких відбуваються одночасно. Одною з умов є уникання перегріву волокна. Комерційно процес стабілізації використовує різноманітну техніку та обладнання. У деяких процесах волокна пропускають через набір нагрітих камер, а у інших волокна проходять над гарячими валиками та через шари розсипаного матеріалу, утримуваного в повітряній суспензії, також використовують нагріте повітря, змішане з певними газами, які хімічно прискорюють стабілізацію.

Останній і головний процес- це карбонізація. Після стабілізації волокна нагрівають до температури приблизно 1000-3000° С протягом декількох хвилин у печі, наповненій сумішшю газів, що не містить кисню. Відсутність кисню запобігає горінню волокон при дуже високих температурах. Тиск газу в печі утримується вище, ніж атмосферний тиск, а точки, де волокна входять і виходять з печі, щільно герметизуються, щоб уникнути потрапляння кисню. Потім відбувається видалення некарбонізованих атомів і залишаються тісно зв'язані кристали вуглецю, які більш-менш паралельні до довжини волокна. У деяких процесах використовуються дві печі, що працюють при двох різних температурах, щоб краще контролювати швидкість нагріву під час карбонізації.

Для покращення якостей волокна, його поверхню обробляють для кращої адгезії і напильнують захисний шар. Після карбонізації волокна мають поверхню, яка погано зв'язується з епоксидними смолами та іншими матеріалами, які використовуються в композитних матеріалах. Щоб надати волокнам кращі властивості зв'язування, їх поверхню слабо окислюють. Це забезпечує кращі хімічні властивості зв'язування і також шорстить поверхню для поліпшення механічних властивостей зв'язування. Процес обробки поверхні повинен бути ретельно контрольований, щоб уникнути утворення мікроскопічних дефектів на поверхні, які можуть призвести до руйнування волокна. Після обробки поверхні волокна покривають, щоб захистити їх від пошкоджень під час намотування або ткання. Вибираються матеріали покриття, які сумісні з клеєм, що використовується для формування композитних матеріалів. Типовими матеріалами покриття є епоксидна

смола, поліестер, нейлон та інші. Покриті волокна намотують на бабіни, які потім завантажуються в прядильний верстат, і волокна скручують в нитки різних розмірів.

Щоб виготовити фторовані вуглецеві волокна використовують вже готовий заводський варіант. Вуглецеву тканину поміщають в трубку з плавленого оксиду алюмінію, кінці якої закривають, та продувають газом Ar, щоб видалити кисень і вологу. Потім реактор нагрівають. Потім вже після термічної обробки спеціальну суміш для фторування проганяють через реактор. Після цього продувають аргоном для того, щоб видалити залишки продуктів термолізу. Отримавши фторовмісні вуглецеві волокна охолоджують до кімнатної температури під динамічним потоком аргону. [1]

Часто для дослідження торсіальних штучних м'язів, як основу використовують спірально закручене вуглецеве нановолокно, виготовлене в лабораторних умовах.

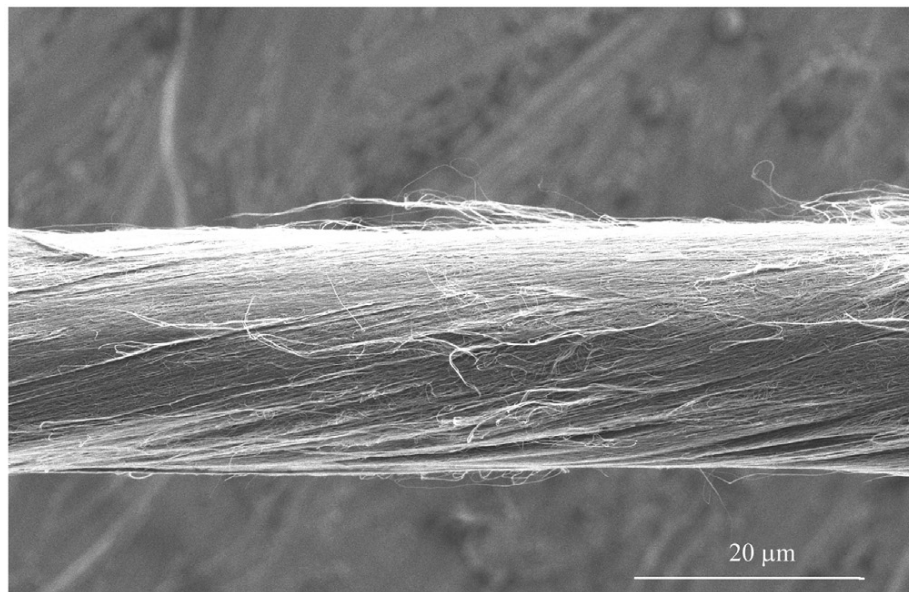


Рис 1.1.1. Спірально закручене вуглецеве нановолокно

Спірально закручене вуглецеве нановолокно витягується з лісу нанотрубок, шляхом скручування. [2] Взагалі, весь процес створення різних структур нановолокна дуже схожий на виробництво звичайної нитки. Є багато варіацій формування та комбінування різних форм волокна. Від цього залежатимуть, як електричні, так і механічні властивості.[3] В проаналізованих експериментах

використовується варіант спірально закрученого волокна. Саме такий варіант дозволяє досягнути обертання волокна.

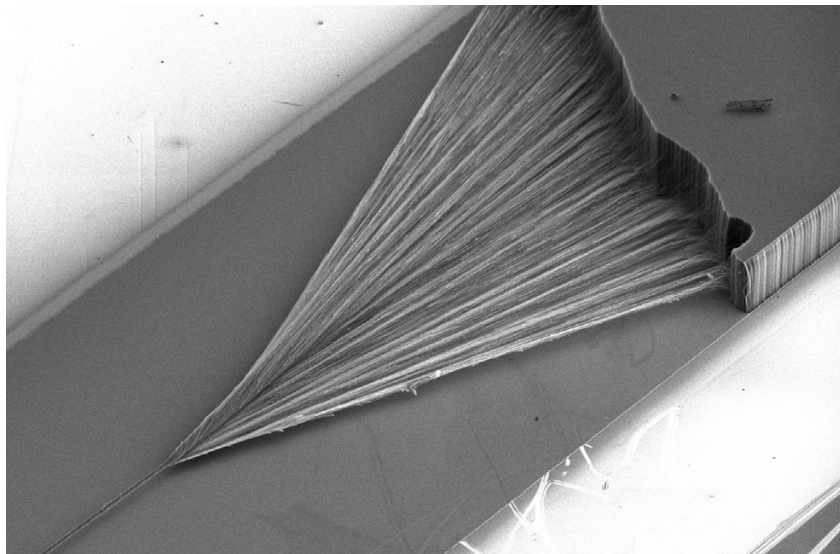


Рис 1.1.2. Виготовлення спірально закрученого вуглецевого нановолокна з лісу вуглецевих нанотрубок.

Усі відомі спрядні ліси вуглецевих нанотрубок вирощуються за допомогою методу хімічного осадження з газової фази (CVD). У методі CVD джерело вуглецю осаджується на каталізатор, що спричиняє його розклад на атоми вуглецю, а трубчасті вуглецеві нанотрубки утворюються на місці каталізатора. Порівняно з методами дугового розряду і лазерного абляції, CVD має переваги в м'яких умовах роботи, низьких витратах та контрольованому синтезі, і він є найбільш перспективним методом для масового виробництва вуглецевих нанотрубок. Більшість спрядних лісів CNT вирощують на плоских підложках за допомогою термічного CVD. Зазвичай, орієнтовані CNT вирощуються в реакційній печі з потоком газоподібної вуглецевої сировини в присутності каталізатора на кремнієвій пластині-підкладці. На кремнієвій пластині осаджується шар каталізатора, наприклад, Fe/Al_2O_3 . Для цього використовується несучий газ, наприклад, гелій, і джерело вуглецю, таке як ацетилен або етилен. Розподіл діаметрів і кількість стінок CNT в лісі можна до певної міри контролювати, змінюючи товщини шару каталізатора, а довжину нанотрубок можна налаштувати шляхом регулювання часу

росту. Водяна пара може використовуватись для збільшення росту CNT, що призводить до отримання більш довгих лісів CNT.

Здатність лісу CNT до витягування в безперервну павутину є ключовим фактором утворення безперервної нитки CNT. Але витягування стосується лише утворення безперервної павутини CNT.

Високий рівень орієнтації CNT в лісі є ключовою вимогою для витягування. Два ліси CNT: один з високою орієнтацією та спрядливим, а інший погано орієнтований і не може бути спряденим в нитки.

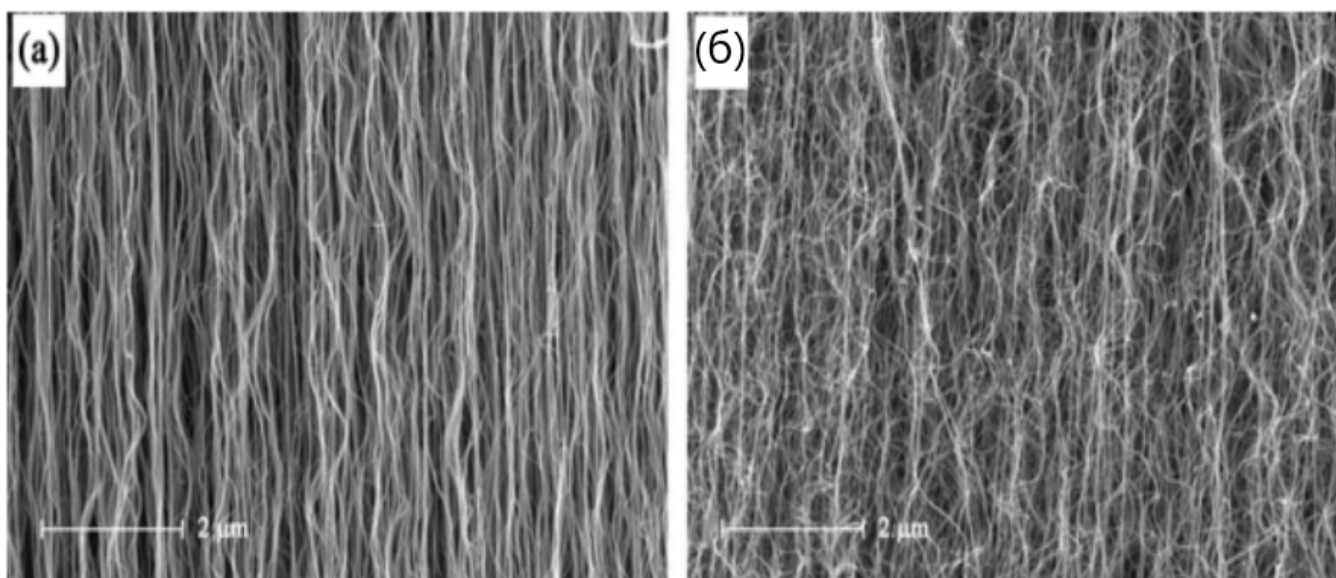


Рис1.1.3. (а)Ліве зображення: високоякісний спиннабельний ліс, демонструє високий рівень орієнтації CNT; (б)праве зображення: ліс низької спиннабельності, в якому CNT мають зігнуту форму.

Витягування лісів CNT тісно пов'язане з морфологією масивів CNT і може бути змінено, наприклад, шляхом налаштування часу попередньої обробки каталізатора або введення невеликої кількості водню або кисню під час росту. Найкоротший час попередньої обробки каталізатора приводив до отримання масивів CNT з найкращою витягуваністю, тоді як подовжена попередня обробка приводила до згрубіння частинок каталізатора і неможливості витягування лісів CNT.

Витягуваний ліс показував високу силу розділення в верхній частині лісу і низьку силу розділення в середині висоти лісу, тоді як у невитягуваних лісах сила розділення не показувала виражених відмінностей в різних місцях. Вони визначили три фактори, що впливають на процес витягування пучка: вузли в кінцях, заплутування в середині лісу CNT і сила взаємодії між сусідніми CNT в середині лісу. Висока щільність CNT в лісу сприяє утворенню заплутуванню в верхній частині лісу. Хоча вузли в кінцях відповідають за збереження неперервності волокна в кінцях лісу, заплутування і сила взаємодії між трубками в середині лісу приводять до утворення нових пучків. Висока ступінь витягуваності спостерігається, коли всі ці фактори діють одночасно. Вони спостерігали утворення заплутаних структур, коли процес витягування наближається до нижнього і верхнього кінців масивів CNT. Ці заплутані структури вважалися відповідальними за збереження неперервності процесу витягування. Однак, заплутання CNT не може бути витягнуте, якщо сполучення CNT зовсім не існує в початкових масивах. Іншими словами, витягуваність виникає внаслідок морфології масивів CNT у лісі. Коли слабо заплутаний пучок розтягується на дві або більше частини під час процесу витягування павутини, скручення або заплутування в пучку зміщуються до одного кінця, утворюючи щільний вузол.

Початковий ліс складається з вертикально орієнтованих дерев (великі пучки CNT), які пов'язані меншими пучками або окремими нанотрубками (називаються з'єднаннями). Утворення павутини CNT включає два основних процеси: (1) роз'єднання шляхом відкривання з'єднань між пучками в лісі і (2) самоусилення цих з'єднань шляхом ущільнення в верхній та нижній частині лісу під час витягнення, що викликає переорієнтацію пучків.

Висновок: Різні способи виробництва волокон впливають на їхню структуру та властивості.

1.2. Порівняння волокон

Всі три розглянутих волокна, відрізняються за своїми властивостями і виробничому процесу. Як вже було зазначено вище, що процес вироблення

заводських і витягнутого з лісу нанотрубок вуглецевих волокон мають різний процес виробництва, що призводить до різних структур і властивостей волокон.

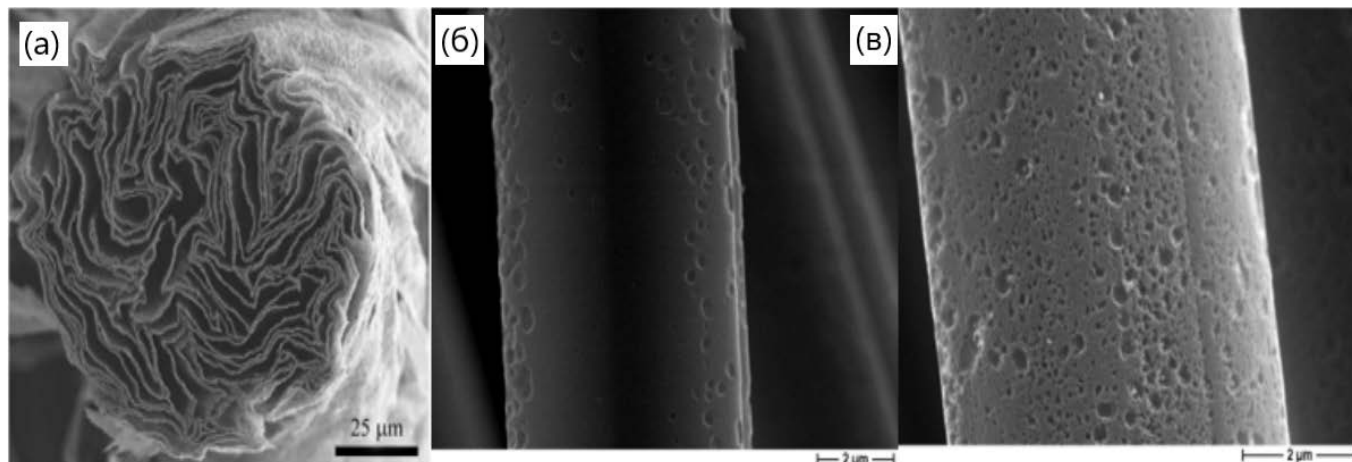


Рис.1.2.1. (а) Спірально закручене вуглецеве нановолокно (б) Вуглецеве волокно заводського виробництва (в) Фтороване вуглецеве волокно

Згідно знімкам всі три волокна мають різні структури: спірально закручене не має повного заповнення центру, в той час як заводське, навпаки, але в порівнянні з своєю модифікацією має меншу пористість.

Механічні властивості: заводське волокно володіє високою механічною міцністю, високою жорсткістю і стійкістю до ударів. Волокно, витягнуте з лісу нанотрубок, також володіє механічною міцністю, але може мати різні властивості, залежно від процесу скручування, обробки та наповнення.

Хімічна стійкість та теплостійкість теж високі, але в заводського зразка вони кращі. Ця якість дуже залежить від оброблення поверхні волокон і захисного наплення.

Електричні властивості: Фтороване волокно має кращу електропровідність в порівнянні з не модифікованим, але меншу, ніж спірально закручене вуглецеве волокно. Хоча існує ряд досліджень по підвищенню електропровідності в цього волокна.

Висновок: Розглянуті волокна володіють різними властивостями і способами застосування. Вибір між ними залежить від конкретних вимог проектів,

бюджету та доступності матеріалів. Манофактурне волокно має кращі механічні властивості, але меншу електропровідність. Одну із модифікацій з покращеною електропровідністю ми і досліджуємо.

1.3. Експерименти з визначення механічних властивостей

Перший розглянутий експеримент складається з трьох варіантів, в яких були різні методи закріплення волокна. Досліджується багатошарове спіралью закручене вуглецеве нановолокно.

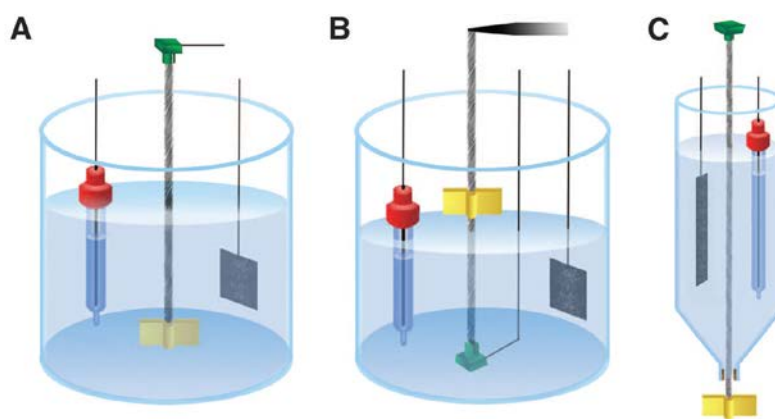


Рис 1.3.1. Ілюстрація дослід з визначення характеристик обертання та натягу спіралью закрученого вуглецевого нановолокна, де еталонний електрод Ag/Ag^+ використовується для приведення в дію обороту волокна. (А) Волокно жорстко закріплено з одного кінця, а на іншому прикріплено лопаті. Обертання відбувається в електроліті; (В) волокно жорстко закріплено з обох кінців; (С) волокно жорстко закріплено з одного кінця, а на іншому прикріплено лопаті. Обертання лопаті відбувається в повітрі.

Волокно повністю розміщують в електроліті (тетрабутиламоній гексафторфосфат в ацетонітрил). При прикладенні напруги між електродами призводить до того, що пряжа частково розкручується. Зміна довжини волокна здійснюється за допомогою електрохімічної двошарової інжекції заряду, а обертання через те, що при виготовленні волокно спіралью скрутили. На електродах імпульсно подавали напругу від 0 В до +5В при цьому лопать зробила більше 41 повних обертів, що є чудовим результатом.[4]

В другому розглянутому експерименті у вигляді робочого електроду виступає саме спіральньо графен/вуглецеве закручене волокно. Воно разом з контрольним електродом занурене в гелевий електроліт. На кінці робочого електроду прикріплений термомеханічний аналізатор (ТМА, SS7100), який слугуватиме для виміру розтягу волокна.

В цьому досліді відсоток розтягування розраховується шляхом ділення величини абсолютного видовження на початкову довжину м'яза. Напругу та струм вимірюють за допомогою потенціостата Gamry (Reference 600+).

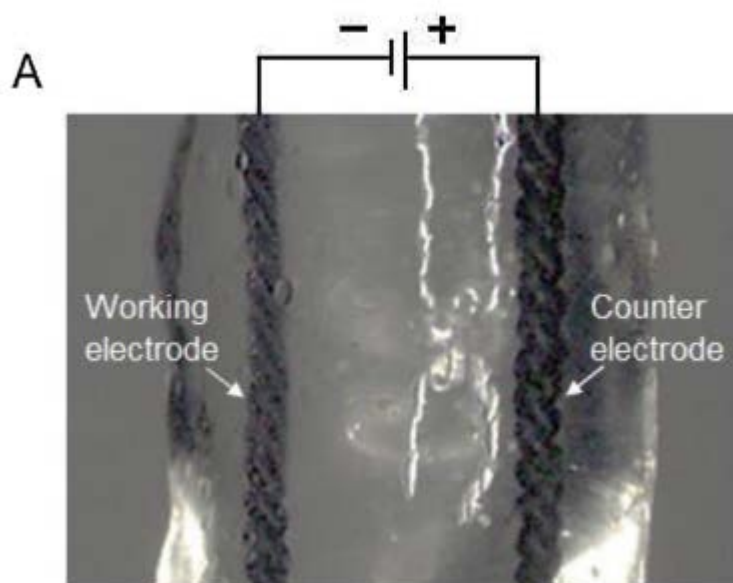


Рис. 1.3.2. Електрохімічна розтяжна активація спіральних ниток з 50% вмістом графену/вуглецевих нанотрубок під впливом напруги в гелевому електроліті.

Велике скорочення відбувається через збільшення кількості включення іонів. Оскільки скорочення довжини відбувається через збільшення заряду в нитках, найбільш доцільною є нормалізація за об'ємом для порівняння рівності.

Збільшення кількості іонів, які спричиняють скорочення, дозволяє штучним м'язам рухатися більше.

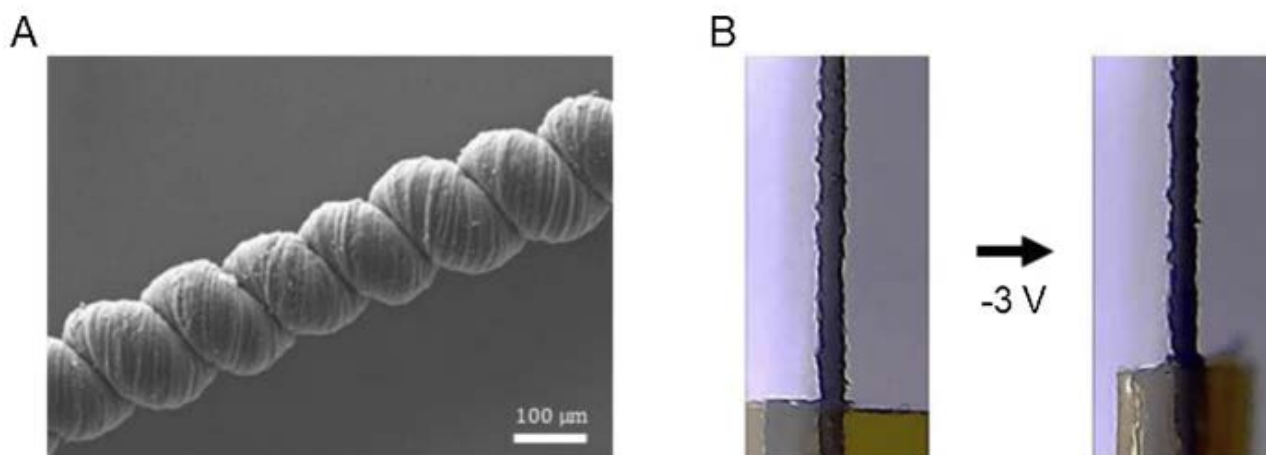


Рис. 1.3.3. Спіральні нитки з графену/ННТ та їх електрохімічна активація. (А) SEM-зображення спіральної нитки з графену/ННТ. Внутрішній діаметр спіралі становить приблизно 100 мкм, а зовнішній діаметр - приблизно 160 мкм (шкала, 100 мкм). В. Стрічка з каптона показує скорочення та обертання нитки. Прикладене напруження становить приблизно 4 МПа за допомогою ТМА.

В деяких випадках може відбуватися антисиметрична активація скручування волокна через різницю в розмірах катіонів і аніонів.

Максимальна розтяжна активація графенових/ніткових м'язів у гелевому електроліті становить приблизно 12% при використанні -5 В, квадратної напруги з частотою 0,01 Гц і циклом роботи 50%, а максимальна робоча ємність становить приблизно 1,5 Дж/г, коли прикладена напруга становить приблизно 15 МПа. При збільшенні вхідної частоти відсоток розтяжної активації швидко зменшується і падає приблизно до 2,6% при 0,1 Гц. Це різке зниження активації може бути пов'язане з вільною швидкістю реакції через нижчу мобільність йонів та наявність товстого твердого електроліту. Штучні м'язи на основі вуглецевих нанотрубок (ННТ) з додаванням графена мають вищу ємність та розтяжність.[5]

У третьому експерименті вже були використані комерційні вуглецеві волокна на основі PAN Thornel-T300, поставляються з покриттям, сумісним з епоксидною смолою. Один пучок вуглецевого волокна містить приблизно 4500 волокон.

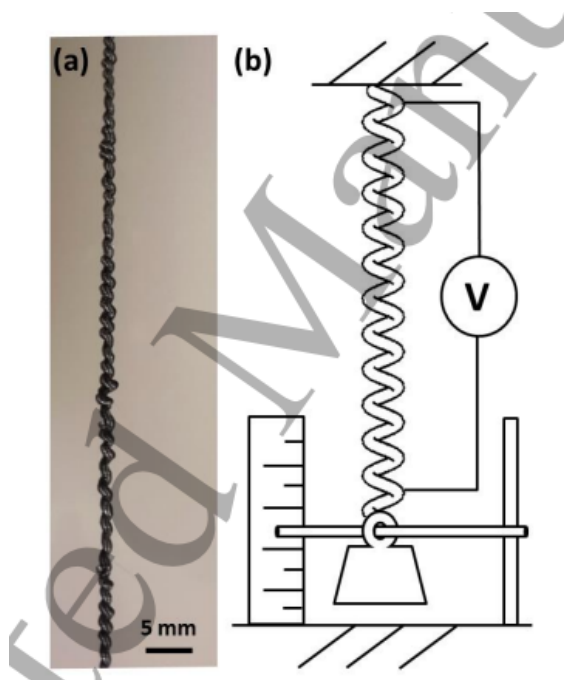


Рис. 1.3.4. (а) скручений композиційний нитковий матеріал із вуглецевого волокна та полідиметилсилоксану (CF/PDMS); (б) схематичне зображення експериментальної установки. Композитний нитковий матеріал обмежений у викручуванні вгорі за допомогою точкового кріплення, а також внизу за допомогою горизонтальної планки, закріпленої між безтріннями. У нижній частині гиря. Напруга підведена між кінцями волокна.

Експериментальна установка, використана для електричної активації скрученої м'язової структури, показана на Рис. 1.3.4. (б). Постійна напруга подавалася на кінці пряжі. Зміна довжини волокна була зафіксована камерою, а видовження було виміряно шляхом аналізу кадрів фільму. Верхній кінець скрученої структури був закріплений, тоді як внизу була прикріплена гиря, щоб був рівномірний натяг. Горизонтальний жорсткий стержень був прикріплений до гирі і обмежений двома поверхнями, щоб уникнути його обертання. На одному з вертикальних поверхонь була прикріплена лінія з роздільною здатністю 0,5 мм для полегшення вимірювання переміщення.

Крім того, ці скручені м'язи, виготовлені за допомогою простого та недорогого процесу, демонструють перспективні характеристики. Вони здатні підняти вагу у 12600 разів більшу за свою власну, та забезпечити рух на розтяг, покращений на

25% , та спеціальну роботу до 0,758 кДж/кг (у 18 разів більшу, за роботу натуральних м'язів). Великі скручені структури, здатні підняти великі навантаження.[6]

Розділ 2.

Експериментальна частина

2.1. Опис матеріалів та обладнання для експериментальних досліджень

В експерименті ми розглядатимемо механічні властивості базового вуглецевого нановолокна та його фторовані модифікації при різних температурах. Для експерименту використали вже виготовлене волокно.

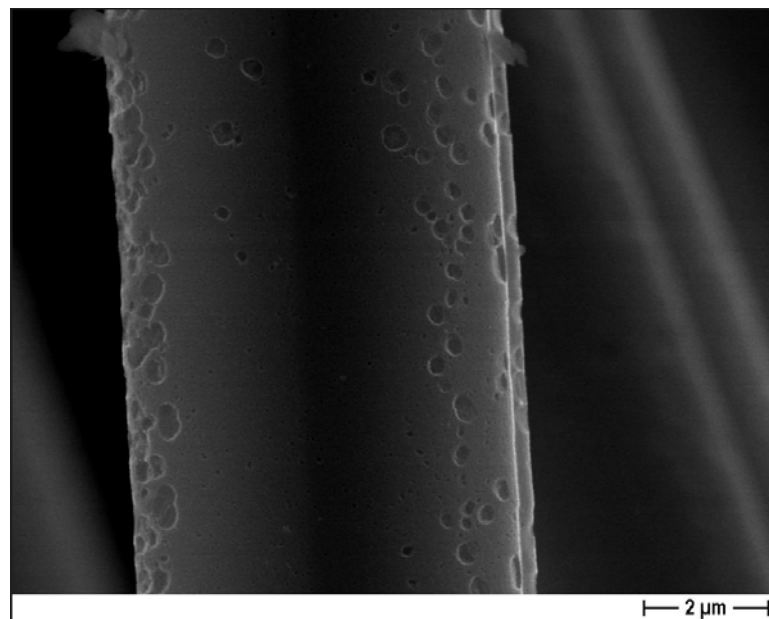


Рис 2.1.1. Базове нановолокно з діаметром $6,4185 \pm 0,005 \mu\text{м}$

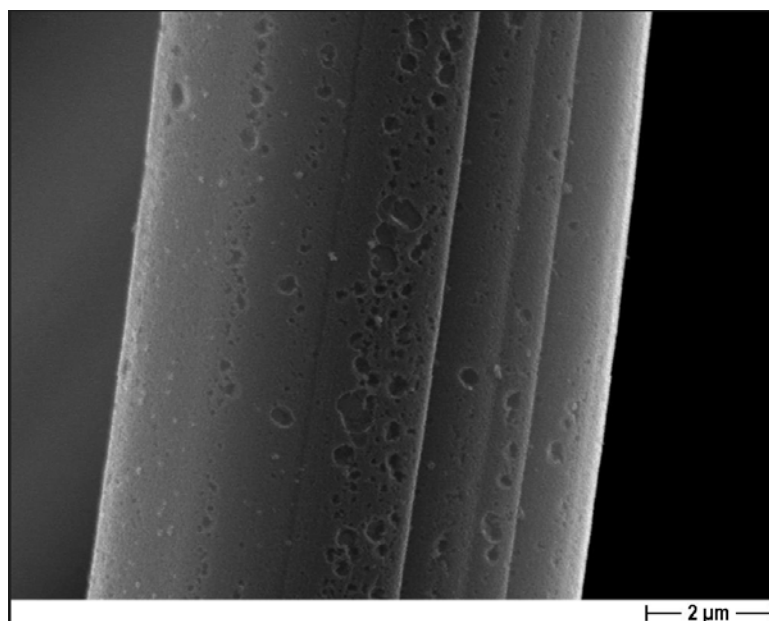


Рис 2.1.2. FУМ300 нановолокно з діаметром $6,7857 \pm 0,005 \mu\text{м}$

2.1. 1. Модифіковане фтороване вуглецеве нановолокно

Модифіковані фторовані вуглецеві нановолокна мають високу нанопористість і питому поверхню близько $1200 \text{ м}^2 \text{ г}^{-1}$. В подальшому буде досліджено їхні механічні властивості та порівняно з властивостями інших варіантів волокон.

2.1.2. Матеріали та реагенти

Для виготовлення зразків волокна в якості тканини використовують активоване вугілля, а для виконання процесу середньо-високої температури фторування вуглецевих волокон доза 1,1,1,2-тетрафторетану була розведена аргоном для інертних застосувань.

2.1.3. Виготовлення зразків

Вуглецеву тканину поміщають в трубку з плавленого оксиду алюмінію (30 см завдовжки та 15 мм внутрішньою стороною). Далі кінці трубки закривають та продувають газом Ar, щоб видалити кисень і вологу. Потім реактор нагрівають за графіком нагріву, створеним за допомогою терморегулятора ТРП09-ТП.

Нагрівання проводили за тепловою програмою від $25 \text{ }^\circ\text{C}$ до $300 \text{ }^\circ\text{C}$, $400 \text{ }^\circ\text{C}$ або $550 \text{ }^\circ\text{C}$ як температури обробки фторування. Після термічної обробки суміш 1,1,1,2-тетрафторетану з аргоном в пропорції 1:1 продували через реактор сумарною швидкістю потоку 50 мл/хв, який нагрівали в інтервалі температур від $300 \text{ }^\circ\text{C}$ до $600 \text{ }^\circ\text{C}$ протягом однієї години. Після цього продувають аргоном для того, щоб видалити залишки продуктів термолізу. Після отримання фторовмісні вуглецеві волокна охолоджують до кімнатної температури під динамічним потоком аргону.[7]

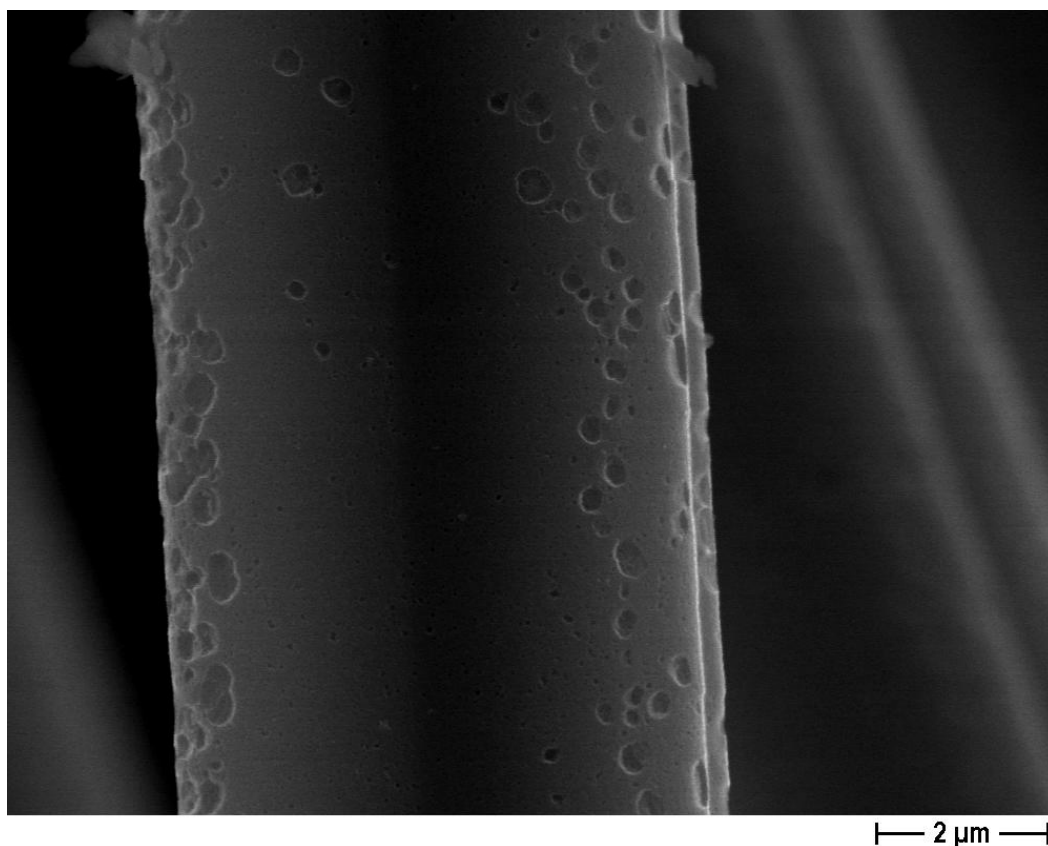


Рис 2.1.3. Фтороване вуглецеве нановолокно

2.1.4. Опис установки для досліджень

Загалом було виготовлено дві установки для визначення механічних властивостей. Мета: дослідження зміни опору в залежності від натягу.

В обох установках корпус складався з двох частин: основи, де жорстко закріплюється волокно і каретки що вільно рухається по валам.

В першому варіанті установки було використано тензодатчик. Датчик виготовлений з алюмінію у формі паралелепіпеда з 4-ма отворами в одній площині та отвором у центрі. Він має 4-ри виводи від тонкоплівкових тензорезисторів, які з'єднані за допомогою мостової схеми. Для перетворення опорів з виходу тензодатчика в дані для мікроконтролера використовується аналого-цифровий перетворювач NH711. Це дозволить виміряти тиск, що створює вал на поверхню датчика, а потім передавати ці показники з високою точністю до плати Arduino Nano. В корпусі установки одна із сторін датчика жорстко закріплена, а в іншу впирається вал.

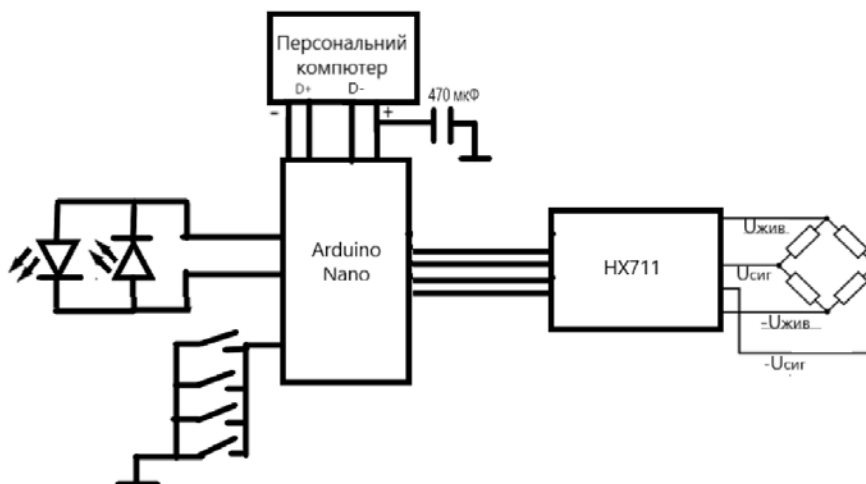


Рис 2.1.4. Блок-схема першого варіанту установки

Волокно закріплюється двома гнучкими прищепками, які мають посріблені тонкі пластинки. Крокодили імпедансметра «Z-2000» прикріплюються до виведених контактів з пластинок. Імпедансметр дозволяє досліджувати електропровідні властивості матеріалів шляхом реєстрації спектрів імпедансу (комплексного опору змінному струму). Прилад може реєструвати активну та реактивну складові імпедансу при накладанні змінної (синусоїдальної) напруги різної фіксованої амплітуди на зразок.



Рис 2.1.5. Імпедансметр «Z-2000»

На передній панелі пристрою розташовані роз'єми для підключення вимірювальних проводів та заземлення, індикатор ввімкнення живлення "Power"; на задній панелі - кнопка ввімкнення живлення та роз'єм для підключення до мережі 220 В, вентилятори для охолодження, мережевий запобіжник та роз'єм USB.

Підключення пристрою до ПК здійснюється через USB-шину персонального комп'ютера.

Програма ZPack_s, яка постачається в комплекті з приладом, призначена для повного керування його роботою.

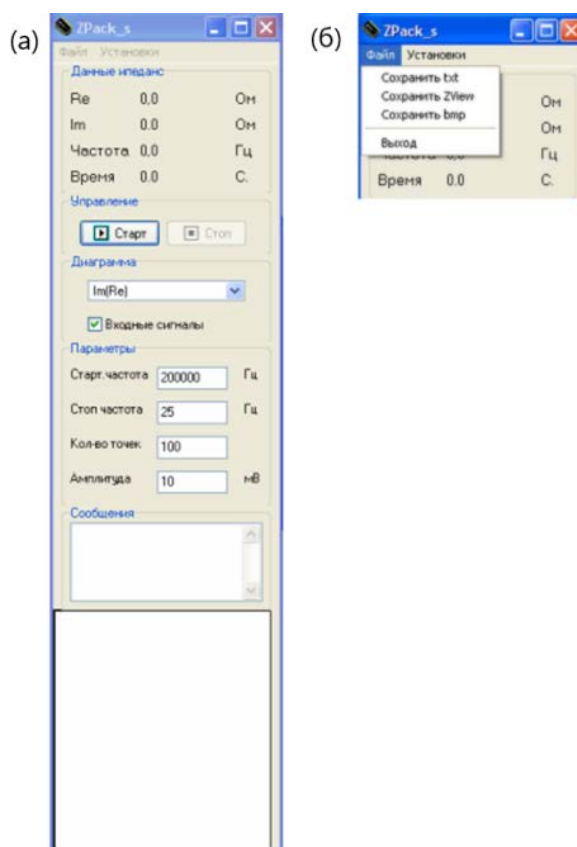


Рис 2.1.6. (а) Головне меню програми ZPack_s (б) меню «Файл»

У верхній частині головного меню розташовані "Файл" і "Налаштування"; нижче розташовані поля "Дані імпедансу", "Керування", "Діаграма", "Параметри", "Повідомлення" і діаграма виводу змінного струму і напруги.

У полі "Дані імпедансу" відображаються поточні значення активної (Re) та реактивної (Im) складових імпедансу, частота і тривалість вимірювання.

У полі "Керування" розміщені кнопки для запуску ("Старт") і зупинки ("Стоп") вимірювань імпедансного спектра.

Для виведення графічної інформації під час вимірювань можна скористатися полем "Діаграма", в якому слід вибрати потрібний тип візуалізації вимірюваних даних.

У полі "Параметри" задаються нижня і верхня частотні межі вимірювання, кількість точок і амплітуда вихідного сигналу змінного струму, що подається на досліджувану комірку. Максимальна кількість точок у одному спектрі складає 10000.

Поле "Повідомлення" відображає інформацію про стан роботи пристрою: стан з'єднання пристрою з ПК, стан вимірювання, наявність помилок. На діаграмі виводу сигналів графічно відображаються реальні сигнали змінного струму (зелений) і напруги (червоний) на досліджуваному об'єкті (один період змінного сигналу).

Регулювання зажиму зразка відбувається за допомогою болту з пружиною. Ці заходи були вжиті, щоб якомога менше пошкодити зразок, адже він є досить крихким. Відстань відтягнення регулюється валом, що має різьбу. Це дозволяє зробити невеликий крок ходу і також не дозволить допустити різкого розриву волокна. Для виміру розтягу волокна на боковій стінці основи корпусу закріплена лінійка. При збільшенні натягу вал впирається в незакріплений кінець тензодатчика, що дозволить виміряти сам натяг. Сигнал з тензодатчика надходить до аналого-цифрового перетворювача HX711 потім до Arduino Nano. Код Arduino Nano можна переглянути в Додатку 1.

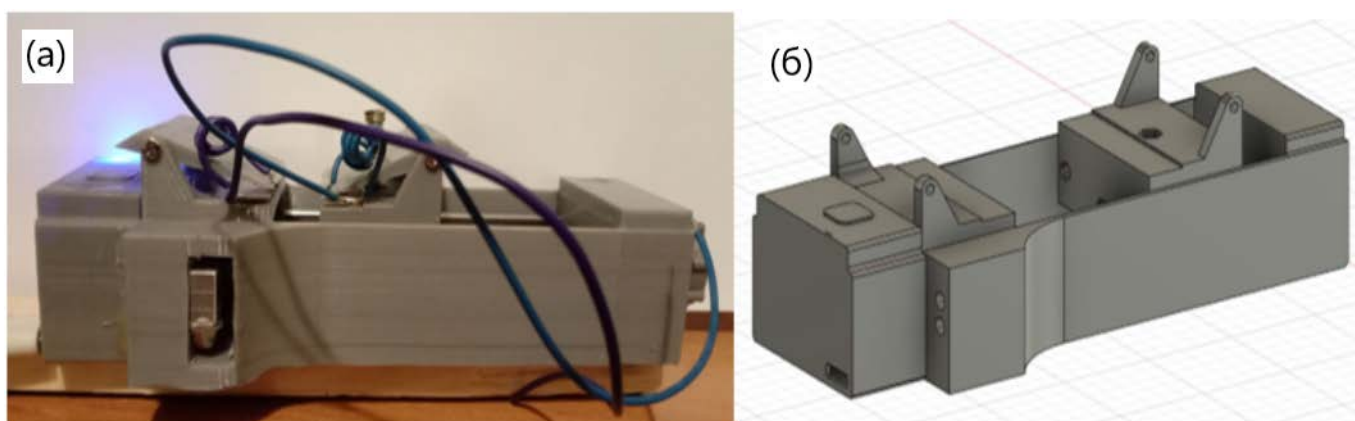


Рис 2.1.7. (а) перший варіант установки для вимірювання залежності опору вуглецевого нановолокна від натягу (б) модель корпусу установки .

При включенні автоматично тарується. Має два індикаторних світлодіоди: зелений(показує, коли відбувається тарування) та синій(включення та режим

виміру). Додатково відтарувати можна шляхом натиску кнопки, яка знаходиться на верхній панелі основи корпусу, натиснувши довше ніж 30 секунд. Щоб почати виміри потрібно один раз швидко натиснути на кнопку.

Дані виводяться на монітор персонального комп'ютера і записуються в файл формату TXT за допомогою програми Putty.

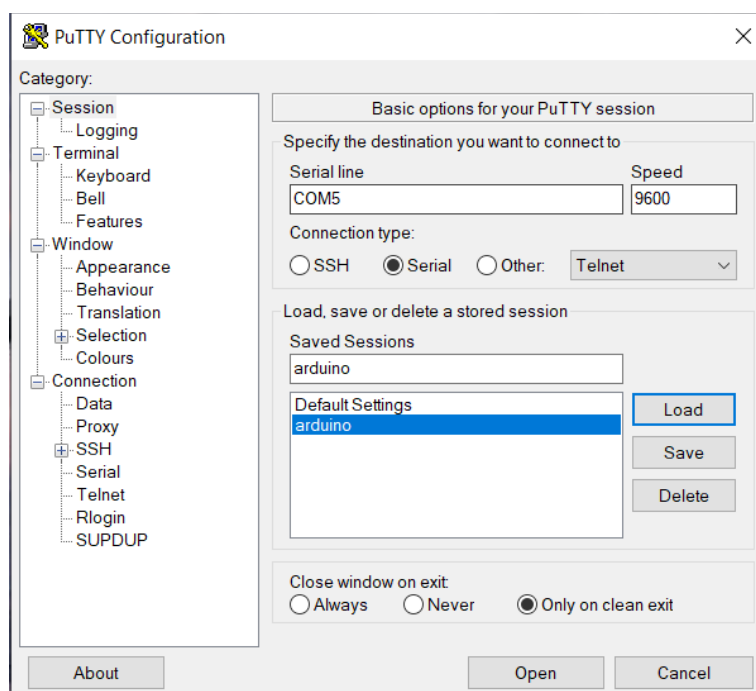


Рис 2.1.8. Інтерфейс програми Putty

Щоб розпочати роботу з програмою потрібно

1. Підключіть плату Arduino до комп'ютера за допомогою USB-кабелю.
2. Відкрийте програму PuTTY.
3. У вкладці "Session" оберіть опцію "Serial".
4. У полі "Serial line" виберіть COM-порт, до якого підключена плата Arduino. Цей порт можна знайти в Device Manager (Менеджер пристроїв) вашої операційної системи.
5. Налаштуйте швидкість передачі даних (Baud rate) відповідно до налаштувань, використовуваних у вашій програмі Arduino (зазвичай 9600 або 115200).
6. Залиште інші налаштування за замовчуванням і натисніть кнопку "Open", щоб встановити з'єднання.

Для того щоб записати дані з експеременту потрібно :

1. Після налаштування з'єднання перейдіть до вкладки "Logging" (журналювання).
2. Виберіть тип запису, який ви бажаєте використовувати: "Session logging" (запис сесії), "Printable output" (друкована вивід), "All session output" (весь вивід сесії). В нашому випадку All session output.
3. Вкажіть шлях і ім'я файлу, в який бажаєте зберегти журнал сесії.

Натисніть кнопку "Open", щоб розпочати з'єднання та почати запис сесії.

Після завершення сесії записаний файл міститиме всю виведену інформацію з терміналу, яку ви можете використовувати для подальшого аналізу чи збереження.

Для того щоб кожний раз при запуску нової серії вимірів не вводити налаштування повторно, програма має функцію збереження.

Щоб зберегти потрібно:

1. У верхній частині вкладки "Session" введіть назву для вашої сесії в поле "Saved Sessions".
2. Натисніть кнопку "Save" (або "Зберегти").

Після цю сесію можна обрати зі списку "Saved Sessions" при наступних запусках PuTTY.

Після збереження сесії, вам більше не потрібно вводити всі параметри з'єднання вручну кожного разу. Просто виберіть збережену сесію зі списку і натисніть кнопку "Open" (або "Відкрити"), щоб запустити з'єднання з заданими параметрами.

Цей підхід дуже зручний, особливо якщо потрібно часто знімати значення. При вимірі нової сім'ї вимірів потрібно перезначити шлях і ім'я файлу. Ви можете зберегти різні сесії для різних пристроїв і серій вимірів і швидко перемикайтесь між ними залежно від потреб.

Нажаль, цей варіант потребує доопрацювання, адже не вдалося відкалібрувати через нестабільність значень. Результати виміру можа переглянути в Додатку 2.

Другий варіант установки має такий самий корпус з лінійкою на боковій стінці та підключення імпедансметра, але замість тензодатчика вже використовується динамометр.

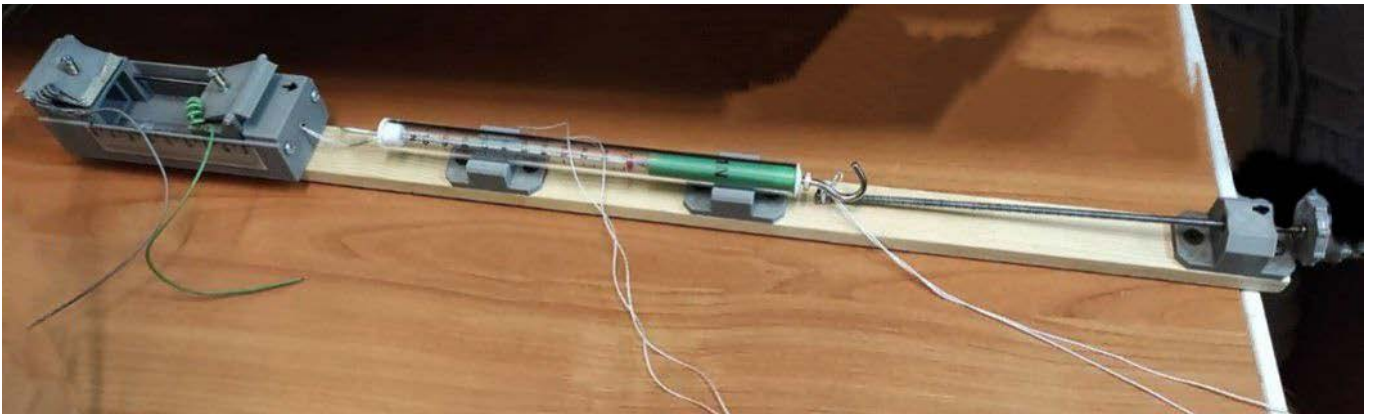


Рис 2.1.9. Другий варіант установки для вимірювання залежності опору вуглецевого нановолокна від натягу

Динамометр прикріплюється до рухомої каретки. Натяг волокна здійснюється за допомогою зміщення валу з різьбою до якого кріпиться динамометр. Завдяки такому підключенню ми регулюємо силу натягу, що відрізняється від попереднього варіанту установки, де регулювання здійснюється тільки по збільшенню довжини волокна.

Розраховуємо опір для одного волокна.[8] При вимірах ми отримуємо опір пучка волокон. В досліджуваному зразку кількість волокон дорівнює 50.

Опір всього пучка дорівнює:

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{Z_1} + \frac{1}{Z_2} + \frac{1}{Z_3} + \dots + \frac{1}{Z_n}$$

Нехай опори волокон в пучку дорівнюють

$$Z_1 \approx Z_2 \approx Z_3 \approx \dots \approx Z_n$$

Звідки отримуємо, що опір одного пучка дорівнює відношенню загального опору до кількості волокон.

$$Z1 = \frac{Z}{50}$$

Питомий опір пучка волокон дорівнює питомому опору одного волокна або добутку опору на відношення площі до довжини волокна.

$$\rho = Z \frac{S_{\text{п}}}{l} = Z1 \frac{S1}{l}$$

Висновок: Для дослідження зміни опору в залежності від натягу було виготовлено дві установки для визначення механічних властивостей. В першому варіанті установки було використано тензодатчик, але варіант потребує доопрацювання, адже не вдалося відкалібрувати через нестабільність значень. В другому варіанті замість тензодатчика вже використано динамометр, він дав стабільні результати.

2.2 . Результати досліджень

При роботі використовували метод імпедансної спектроскопії.

Імпедансна спектроскопія - це метод, який використовується для вимірювання та дослідження електричних властивостей матеріалів і системи шляхом аналізу їх імпедансу, як функції від частоти. Цей метод дозволяє отримати інформацію про електричну провідність, діелектричні властивості, електрохімічні процеси, що відбуваються як в об'ємі, так і на границях досліджуваного зразка, дозволяє отримати розподіл електропровідних частинок по об'єму зразка та інші характеристики матеріалів. Вимірювання виконується при змінних частотах від певної ділянки, що дозволяє отримати імпедансну спектральну відповідь матеріалу.

Сенс цього методу полягає в подачі синусоїдального сигналу на досліджувану систему та вивченні отриманого сигналу-відгуку на виході. В дослідження використовується імпеданс метр "Z-2000", надає готові результати в вигляді графіку та файлу даних. Отримані сигнали струму та прикладеної напруги обробляються, і з аналізом зсуву фази цих сигналів і відношення їх амплітуди обчислюється величина

дійсної та уявної частини імпедансу досліджуваного зразка, які потім можуть бути перераховані в активний опір та ємність цього зразка.

Для більш дитального аналізу ефекту коли змінюється опір при різних натягах розглянемо три типи волокна: заводське (базове) і його фторовані модифікації при 300 °С та 450 °С.

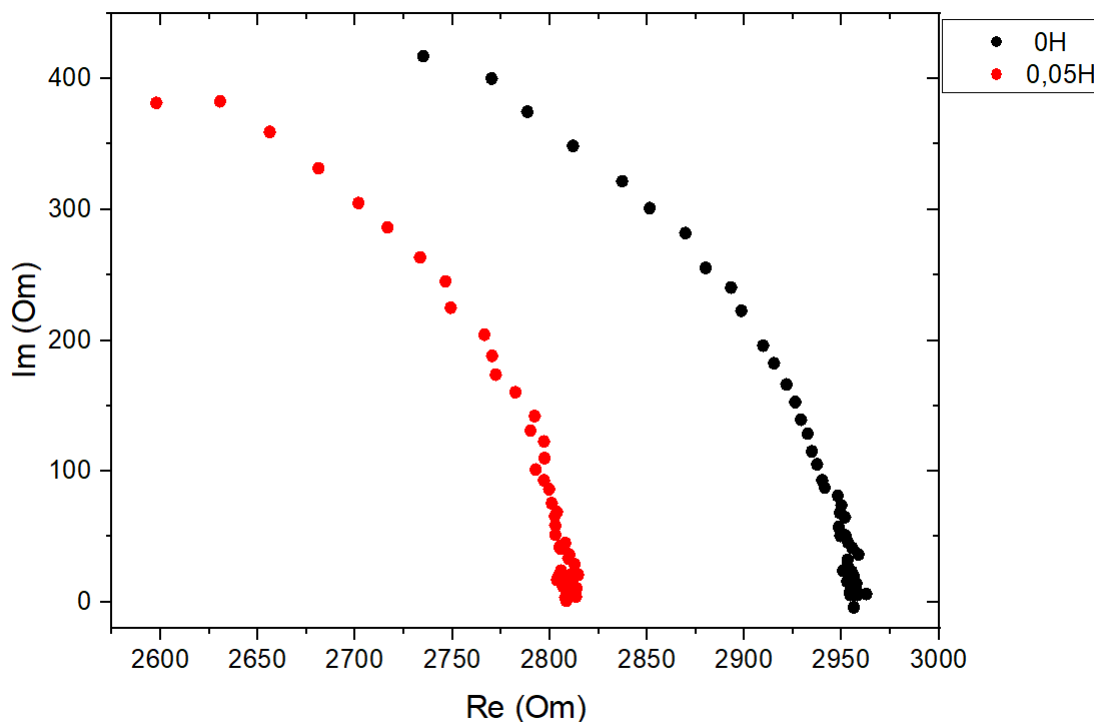


Рис 2.2.1. Спектр імпедансу заводського волокна без розтягу та з натягом у 0,05 Н

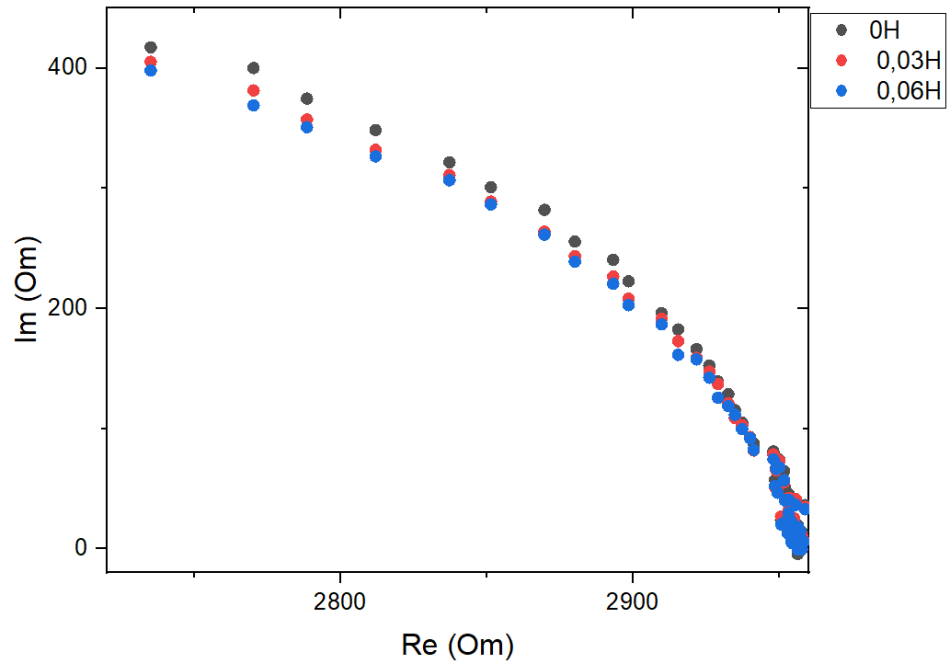


Рис 2.2.2. Спектр імпедансу заводського волокна без розтягу та з натягом у 0,03Н та 0,06Н

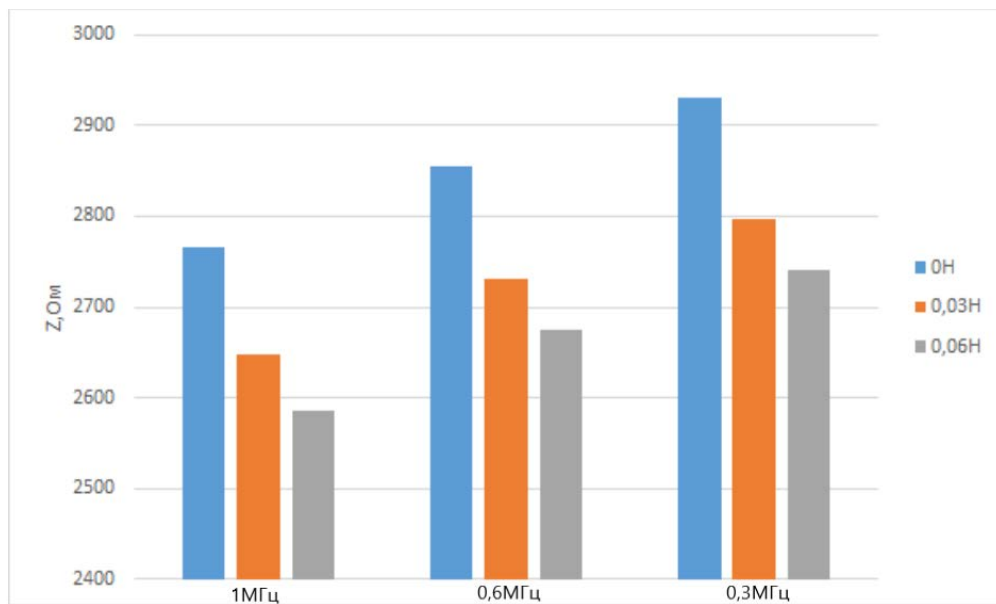


Рис 2.2.3. Діаграма повного опору заводського волокна, де можна більш наочно побачити ефект

Як видно, з графіків у випадку базового волокна, чим більший натяг, тим менший повний опір, що спостерігається при різних частотах.

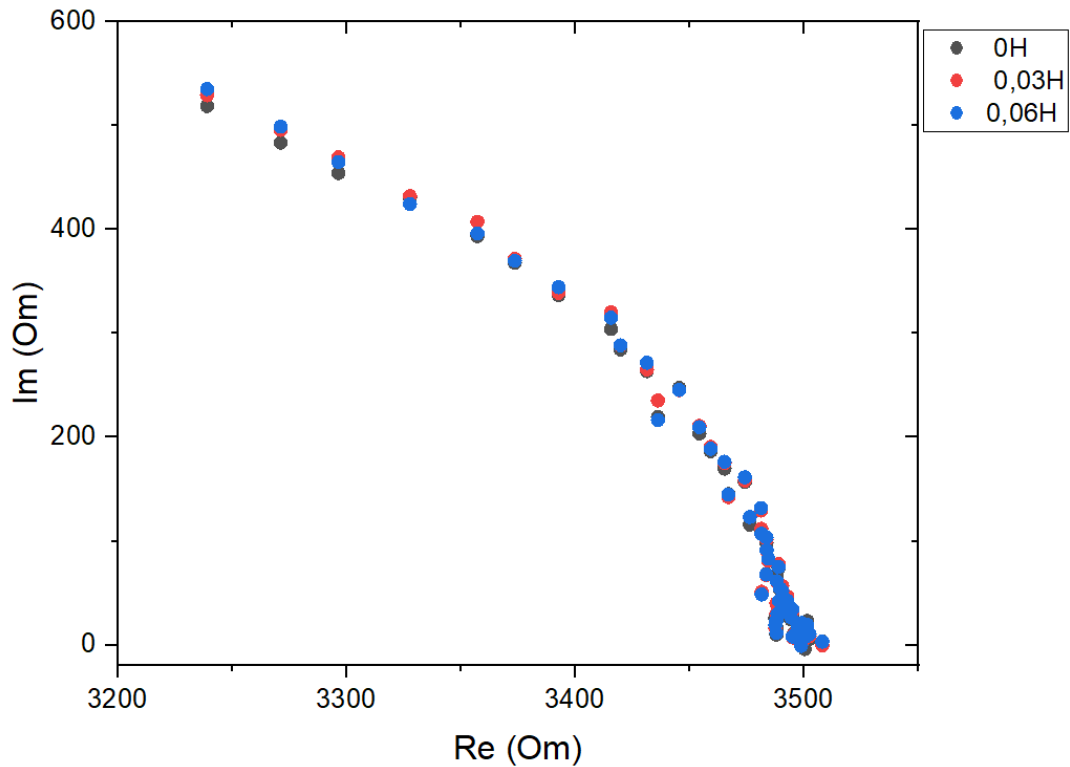


Рис 2.2.4. Спектр імпедансу фторованого при 300 °С волокна без розтягу та з натягом у 0,03Н та 0,06Н

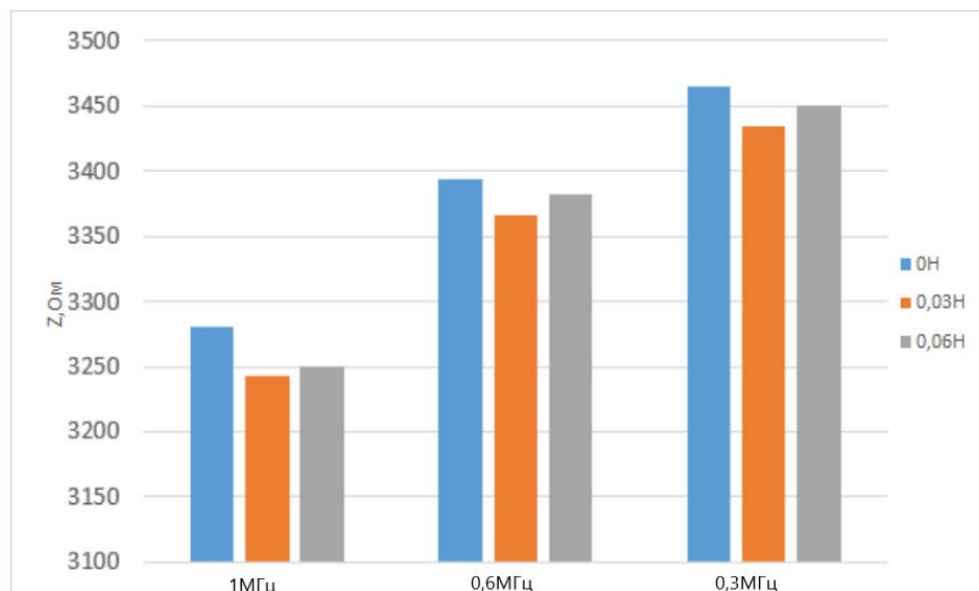


Рис 2.2.5. Діграма фторованого при 300 °С волокна

Вже для фторованих модифікацій спостерігаємо іншу поведінку, а саме при менших частотах відбувається накладання кривих спектрів імпедансу.

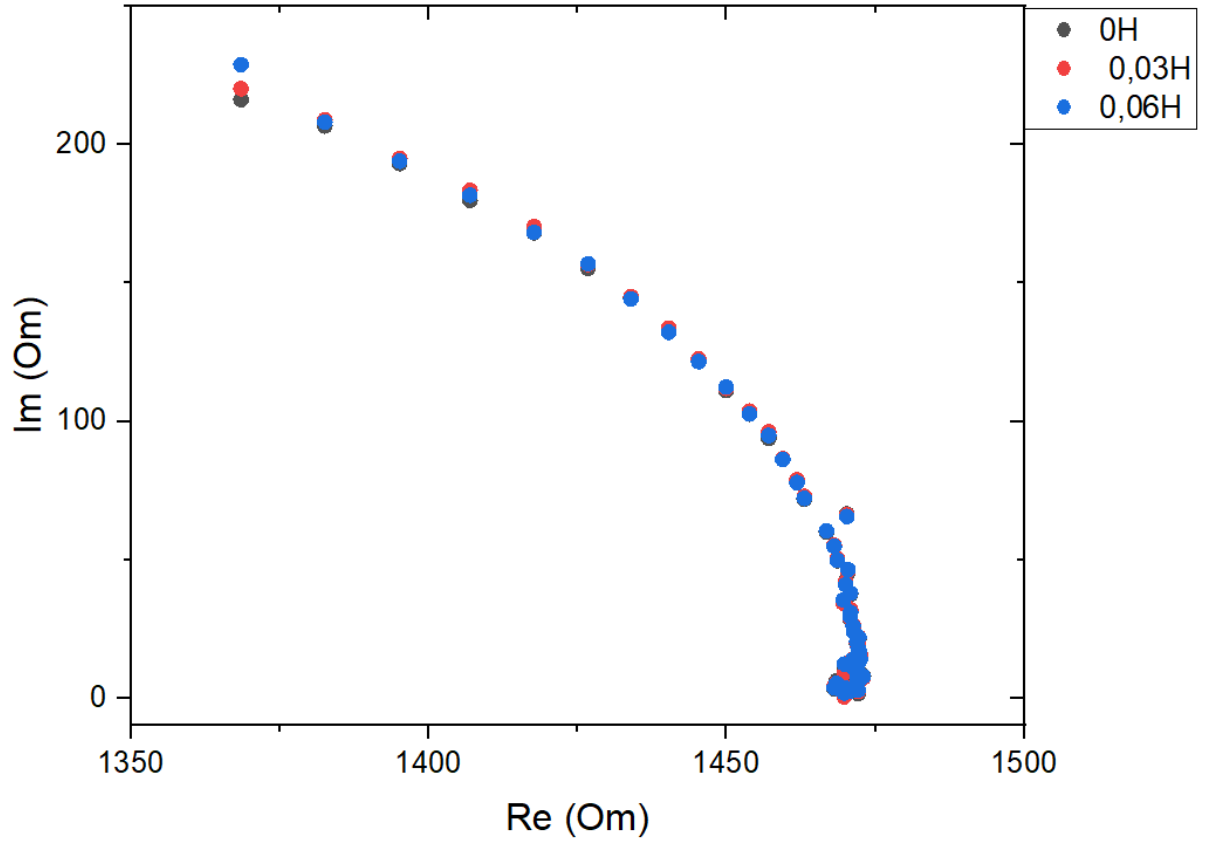


Рис 2.2.6. Спектр імпедансу фторованого при 450°C волокна без розтягу та з натягом у 0,03Н та 0,06Н

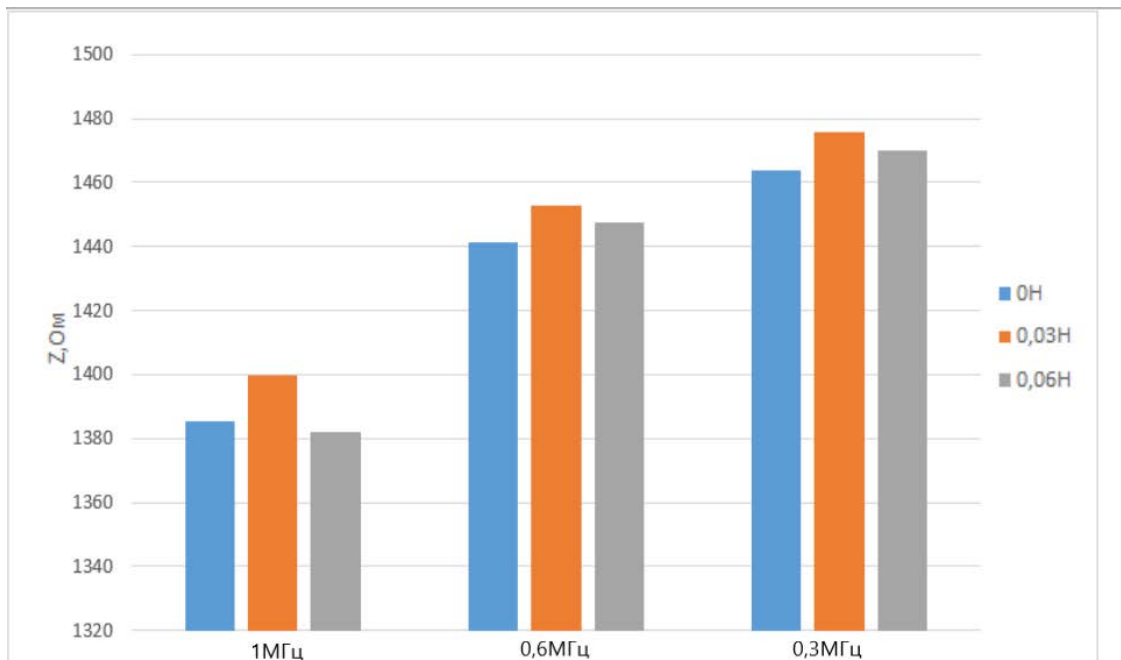


Рис 2.2.7. Діграма фторованого при 450°C волокна

Для волокон, які були оброблені при вищих температурах накладання відбувається майже по всьому спектрі.

Висновок: Чим більший натяг, тим менший опір. Найкраще це спостерігається саме на базовому волокні. Вже в фторованих модифікацій інша поведінка: спостерігається накладання спектру, що свідчить про мізерні зміни при натягу.

Висновки

Робота присвячена вивченню механічних властивостей нановолокон. Тому проаналізовано існуючі експерименти з цієї теми. Розглянуто три типи волокна, які мають різні властивості та застосування. Вибір між ними залежить від конкретних вимог проектів, бюджету та доступності матеріалів. Манофактурне волокно має кращі механічні властивості, але меншу електропровідність. Одну із модифікацій такого волокна з покращеною електропровідністю ми і досліджуємо.

Є багато варіацій формування та комбінування різних форм волокна. Від цього залежатимуть, як електричні, так і механічні властивості. В проаналізованих експериментах використовується варіант спірально закрученого волокна. Саме такий варіант дозволяє досягнути обертання волокна.

Модифіковані фторовані вуглецеві нановолокна мають високу нанопористість і питому поверхню. Для виготовлення зразків волокна в якості тканини використовують активоване вугілля, а для виконання процесу середньо-високої температури фторування вуглецевих волокон доза 1,1,1,2-тетрафторетану була розведена аргоном для інертних застосувань.

Волокно повністю розміщують в електроліті (тетрабутиламоній гексафторфосфат в ацетонітрил). При прикладенні напруги між електродами призводить до того, що пряжа частково розкручується. Зміна довжини волокна здійснюється за допомогою електрохімічної двошарової інжекції заряду, а обертання через те, що при виготовленні волокно спірально скрутили.

В роботі було виготовлено та використано два типи установки для дослідження залежності опору волокна від натягу. В першому варіанті установки було використано тензодатчик, але варіант потребує доопрацювання, адже не вдалося відкалібрувати через нестабільність значень. В другому варіанті замість тензодатчика вже використано динамометр, він дав точніші результати. Результати досліджень з використанням обох установок приведено в роботі.

В експерименті ми розглянули механічні властивості базового вуглецевого нановолокна та його фторовані модифікації при різних температурах. Розрахували повний опір для пучка волокон. В базових волокнах найкраще спостерігається

залежність опору від натягу, а саме його зменшення. Вже в модифікованих зразках ми майже не спостерігаємо цього.

Літературні посилання:

- [1] Pooja Bhatt and Alka Goe, Carbon Fibres: Production, Properties and Potential Use, *Material Science Research India* 14(1):52-57
- [2] Menghe Miao, Yarn spun from carbon nanotube forests: Production, structure, properties and applications, *Particuology* 11(4):378-393 (2013)
- [3] Yarns by Downsizing an Ancient Technology, *Science* 306(5700):1358-61(2004)
- [4] Javad Foroughi, Geoffrey M. Spinks, Gordon G. Wallace, Torsional Carbon Nanotube Artificial Muscles, *Science* 334(6055):494-7 (2011)
- [5] Jae Sang Hyeona , Jong Woo Parka , Ray H. Baughmanb , Seon Jeong Kima, Electrochemical graphene/carbon nanotube yarn artificial muscles, *Sensors and Actuators B Chemical* 286
- [6] C. Lamuta, S. Messelot , S. Tawfick, THEORY OF THE TENSILE ACTUATION OF FIBER REINFORCED COILED MUSCLES *Smart Materials and Structures* 27(5)
- [7] Alexander N. Zaderko , Roman Ya. Shvets , Ivan I. Grygorchak , Sergii Afonin, Vitaliy E. Diyuk , Ruslan T. Mariychuk , Olga Yu. Boldyrieva , Mária Kaňuchová, Vladyslav V. Lisnyak, Fluoroalkylated Nanoporous Carbons: Testing as a Supercapacitor Electrode, *Applied Surface Science* 470(6740081)
- [8] L.O. Dandy , G. Oliveux a , J. Wood , M.J. Jenkins , G.A. Leeke, Counting carbon fibres by electrical resistance measurement, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* Volume 68, January 2015, Pages 276-281

```

#include <GyverHX711.h> // підключення бібліотеки для аналого-цифрового
перетворювача HX711
#include "GyverFilters.h"//підключає бібліотеку фільтра Калмана

GKalman testFilter(500, 200, 0.5); //назначення параметрів фільтру Калмана
// параметри: розкид вимірів, розкид оцінки, швидкість зміни значень
// розкид вимірів: шум вимірів
// розкид оцінки: налаштовується самостійно, можна поставити таким же як і розкид
вимірів
// швидкість зміни значень: 0.001-1, варіювати самому
GyverHX711 sensor(2, 3, HX_GAIN64_A);
long long pr =0;
long long t1=0;
long long t2=0;
bool f1 =0;

bool led=0;
bool but=0;
long tr=0;
long val=0;

void setup() {
Serial.begin(9600);
pinMode(6, INPUT_PULLUP);
pinMode(5, OUTPUT);
pinMode(4, OUTPUT);
digitalWrite(5,led);
digitalWrite(4,!led);
Tar();// виклик методу тарування
delay(500);
}
void loop() {
  Led();
if(millis()-t1>300)          // перевірка на зміну стану кожні 0.3с
{
  if(digitalRead(6)==but)
    {but=!but;
    t1=millis();
    if (but==1){pr=millis();
    f1=1;
    }else{f1=0;}
    }
  if (f1==1 && millis()-pr>2000){Tar();f1=0;}
}
}
}

```

```

void Led (){
led =!led;

Serial.print(millis());// виведення значень
Serial.print(" ");
Serial.println( testFilter.filtered(sensor.read()-tr),0);
digitalWrite(5,led);
digitalWrite(4,!led);
}
void Tar ()// метод тарування
{
for (int i=0; i<30000; i++){
tr+=sensor.read();
tr/=2;
led=!led;
digitalWrite(5,led);
digitalWrite(4,!led);
}
led=0;
digitalWrite(5,led);
digitalWrite(4,!led);
}

```

Фільтр Калмана - це потужний інструмент фільтрації даних. Його основний принцип полягає в тому, що при фільтрації використовується інформація про фізику самого явища. Основна ідея фільтра Калмана полягає в тому, що потрібно знайти коефіцієнт таким чином, щоб відфільтроване значення в середньому найменше відрізнялося від реального значення координати. Відфільтроване значення залежить від усіх попередніх показань сенсора лінійно.

Тому фільтр Калмана називають лінійним фільтром і виділяють серед сих інших лінійних фільтрів як найкращий, адже середній квадрат помилки фільтра є мінімальним.

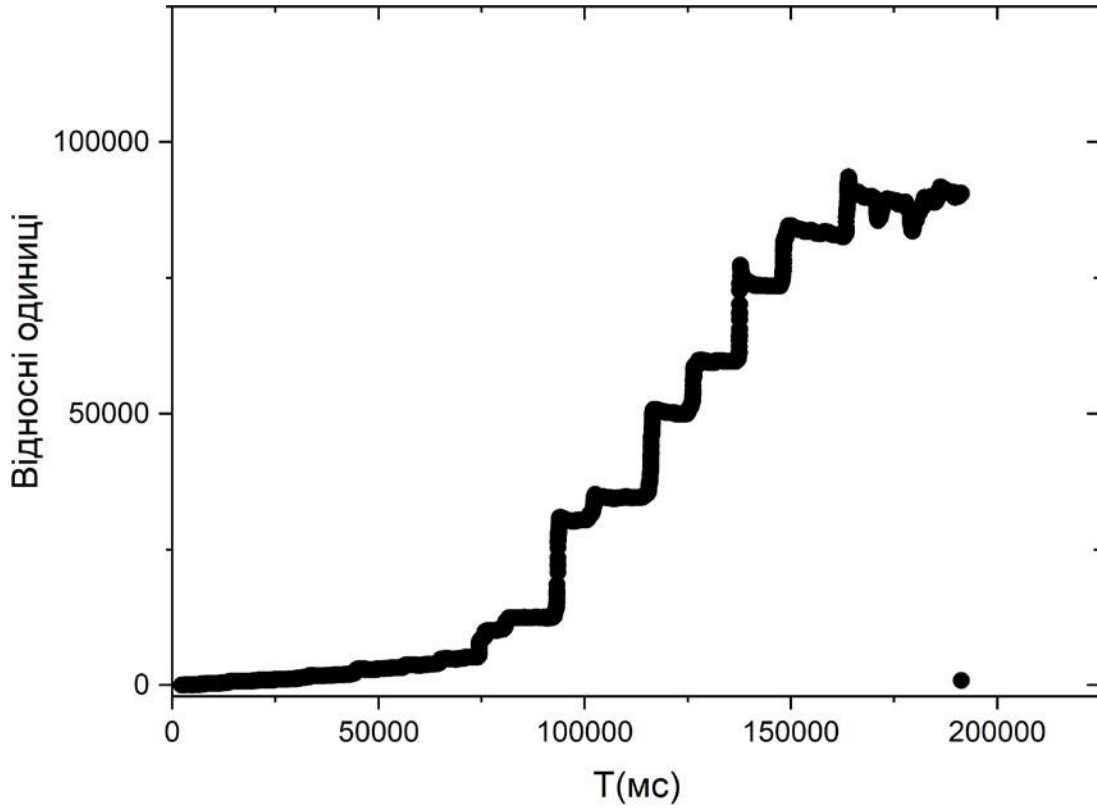


Рис. Графік даних знятих з тензодатчика
Нажаль, установку так і не вдалося відкалібрувати через нестабільність