



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

Σχολή Εφαρμοσμένων Μαθηματικών και Φυσικών Επιστημών
Τομέας Φυσικής

Διατμηματικό Πρόγραμμα Μεταπτυχιακών Σπουδών
«Μικροσυστήματα και Νανοδιατάξεις»

ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

**Μετρήσεις Ηλεκτρικής Αγωγιμότητας για
Αίσθηση Φθοράς σε Σύνθετα Υλικά**

Γεώργιος Δ. Γεωργούσης
Διπλωματούχος Πολιτικός Μηχανικός ΕΜΠ

Επιβλέπων:

Απόστολος Κυρίτσης
Επίκουρος Καθηγητής ΕΜΠ

Αθήνα, Μάρτιος 2011

Πνευματικά Δικαιώματα

Copyright © Γεώργιος Δ. Γεωργούσης, 2011

Με επιφύλαξη παντός δικαιώματος. All Rights Reserved.

Απαγορεύεται η αντιγραφή, αποθήκευση και διανομή της παρούσας εργασίας, εξ ολοκλήρου ή τμήματος αυτής, για εμπορικό σκοπό. Επιτρέπεται η ανατύπωση, αποθήκευση και διανομή για σκοπό μη κερδοσκοπικό, εκπαιδευτικής ή ερευνητικής φύσης, υπό την προϋπόθεση να αναφέρεται η πηγή προέλευσης και να διατηρείται το παρόν μήνυμα. Ερωτήματα που αφορούν τη χρήση της εργασίας για κερδοσκοπικό σκοπό πρέπει να απευθύνονται προς τον συγγραφέα.

Ευχαριστίες

Στον κ. **Απόστολο Κυρίτση, Επίκουρο Καθηγητή ΕΜΠ**, που ήταν ο επιβλέπων της εργασίας, για την βοήθειά του, τις συμβουλές και υποδείξεις του.

Στον **Χρήστο Πανδή, Μεταδιδακτορικό Ερευνητή ΕΜΠ**, για την πολύτιμη βοήθειά του στην πραγματοποίηση των μετρήσεων και για τις συμβουλές και τις υποδείξεις του στην εκπόνηση της εργασίας.

Στον κ. **Πολύκαρπο Πίσση, Καθηγητή ΕΜΠ**, για τη βοήθειά του και για την επιτελική καθοδήγηση στην εκπόνηση της εργασίας.

Στον κ. **Βασίλειο Πέογλο, Επίκουρο Καθηγητή ΕΜΠ**, για τη βοήθειά του και την συμβολή του στην αναβάθμιση της πειραματικής διάταξης για την εκπόνηση των μετρήσεων.

Στην κ. **Ευαγγελία Κοντού, Καθηγήτρια ΕΜΠ**, για την πολύτιμη βοήθειά της και την διάθεση εργαστηριακού εξοπλισμού για τις μετρήσεις μηχανικής.

Στον **Παναγιώτη Γεωργιόπουλο, Υποψήφιο Διδάκτορα ΕΜΠ**, για τη βοήθειά του στην πραγματοποίηση των πειραμάτων και τον χειρισμό του εργαστηριακού εξοπλισμού των μετρήσεων μηχανικής.

Περίληψη

Σκοπός της εργασίας αυτής είναι να μελετηθεί η αίσθηση φθοράς ενός σύνθετου υλικού λόγω μηχανικής καταπόνησης, μετρώντας τις μεταβολές της ηλεκτρικής του αγωγιμότητας που αυτή επιφέρει.

Τα σύνθετα υλικά που μελετήθηκαν είχαν μήτρα από πολυαιθερ-αιθερ-κετόνη (PEEK) ή πολυπροπυλένιο (PP), ενώ τα εγκλείσματα ήταν είτε ανθρακονήματα είτε νανοσωλήνες άνθρακα. Το κάθε δοκίμιο υποβαλλόταν σε εφελκυσμό μέχρι θραύσης, με ταυτόχρονη μέτρηση της μηχανικής τάσης, της παραμόρφωσης και της ηλεκτρικής του αντίστασης. Στα δοκίμια με τα ανθρακονήματα μετριόταν η ηλεκτρική αντίσταση τόσο κατά μήκος του δοκιμίου, δηλαδή παράλληλα με την φορά των ινών και της μηχανικής φόρτισης, όσο και κατά τη μικρότερη διάσταση, πάχος, του δοκιμίου, δηλαδή κάθετα στη φορά των ινών και της φόρτισης. Επιπλέον πραγματοποιήθηκαν και πειράματα με περιοδικά επαναλαμβανόμενη φόρτιση.

Τα αποτελέσματα που προέκυψαν ήταν ενθαρρυντικά για την αξιοπιστία της μεθόδου, δηλαδή για την εξαγωγή αξιόπιστων συμπερασμάτων σχετικά με την φθορά ενός υλικού μετρώντας την ηλεκτρική του αντίσταση. Επιπλέον προέκυψαν και ενδιαφέροντα συμπεράσματα όσον αφορά διαφοροποιήσεις από υλικό σε υλικό ως προς την ηλεκτρική και μηχανική συμπεριφορά.

Λέξεις Κλειδιά

πολυαιθερ-αιθερ-κετόνη, PEEK, ινώδη υλικά, ίνες άνθρακα, ανθρακονήματα, CF, νανοσωλήνες άνθρακα, CNT, MWCNT, πολυπροπυλένιο, PP, ηλεκτρική αντίσταση, ηλεκτρική αγωγιμότητα, αίσθηση φθοράς, φθορά, μέτρηση φθοράς, εκτίμηση φθοράς, σύνθετα υλικά, νανοσύνθετα υλικά, τάση, παραμόρφωση, επιμήκυνση, μηχανική τάση, μηχανική παραμόρφωση, επαναλαμβανόμενη φόρτιση, κυκλική φόρτιση

Abstract

The scope of this thesis is to study the health monitoring of a material under mechanical load by measuring the change of its electrical conductivity.

The matrix of the materials which were tested was either polyether-ether-ketone (PEEK) or polypropylene (PP), while the inclusion was either carbon fibers or carbon nanotubes. Each sample was being put under tensile strain until its breakage while measuring the stress, strain, and its electrical resistivity simultaneously. Both the longitudinal and the through thickness electrical resistivities of the samples reinforced with carbon fibers were measured. Cyclic loading experiments took place, as well.

The results were encouraging as far as the credibility of this method is concerned, namely taking a reliable sense of the damage of a material by measuring its electrical resistivity. Moreover, some additional conclusions came up on how each material differs from the others concerning their electrical and mechanical behavior.

Keywords

polyether-ether-ketone, PEEK, materials with fibers, carbon fibers, CF, carbon nanotubes, CNT, MWCNT, polypropylene, PP, electrical resistance, electrical conductivity, health monitoring, damage, damage sensing, damage evaluation, composite materials, composites, nanocomposites, nanocomposite materials, stress, strain, tensile strain, cyclic loading

Πίνακας Περιεχομένων

<u>Κεφάλαιο</u>	<u>Σελίδα</u>
Ευχαριστίες	3
Περίληψη και Λέξεις Κλειδιά	4
Abstract and Keywords (Περίληψη στα Αγγλικά)	5
Πίνακας Περιεχομένων	6
<u>Κεφάλαιο 1</u>	11
1. Εισαγωγή	11
<u>Κεφάλαιο 2</u>	13
2. Θεωρητική Προσέγγιση	13
2.1. Μηχανική Συμπεριφορά των Υλικών	13
2.1.1. Μηχανική Συμπεριφορά των Όλκιμων Υλικών	13
2.1.2. Μηχανική Συμπεριφορά των Ψαθυρών Υλικών	15
2.2. Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα	17
2.2.1. Μηχανικές Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα	17
2.2.2. Ηλεκτρικές Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα	21
2.2.3. Ηλεκτρικές Ιδιότητες Νανοςύνθετων Υλικών κατά τον Εφελκυσμό	26
2.3. Ιδιότητες των Υλικών με Ανθρακονήματα	27
2.3.1. Μηχανικές Ιδιότητες των Υλικών με Ανθρακονήματα	27
2.3.2. Ηλεκτρικές Ιδιότητες των Υλικών με Ανθρακονήματα	27

2.4. Μέτρηση Ωμικής Αντίστασης	31
2.4.1. Ηλεκτρικοί Αγωγοί με Ωμική Συμπεριφορά	31
2.4.2. Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης	31
2.4.3. Μέτρηση Σχετικής Μεταβολής της Ωμικής Αντίστασης	32
2.4.4. Συντελεστής Gauge Factor	34
2.5. Επισκόπηση της Σχετικής Βιβλιογραφίας	35
2.5.1. Πειράματα των Erik T. Thostenson και Tsu-Wei Chou	36
2.5.2. Πειράματα των M. Nofar, S.V. Hoa και M.D. Pugh	39
2.5.3. Μετρήσεις των P E Irving και C Thiagarajan	41
2.5.4. Δημοσίευση των Maris Knite, Valdis Teteris, Aleksandra Kiploka και Jevgenijs Kaupuzs	44
2.5.5. Δημοσίευση των S. WANG και D. D. L. CHUNG	46
2.5.6. Δημοσίευση των K. Schulte, M. Kurke, R. Schüler	49
2.6. Διευκρίνιση	50
<u>Κεφάλαιο 3</u>	53
3. Πειραματικές Μετρήσεις	53
3.1. Εξοπλισμός που Χρησιμοποιήθηκε	53
3.1.1. Συσκευή Εφελκυσμού-Θλίψης Instron 1121	54
3.1.2. Οπτικό Μηκυνσιόμετρο Fiedler Optoelektronik K-100	54
3.1.3. Μετρητικό-Πηγή Keithley 2400	57
3.1.4. Πηγή Ρεύματος Keithley 6220	58
3.1.5. Βολτόμετρο Keithley 2182A	58
3.1.6. Ηλεκτρόμετρο Keithley 6517B	59
3.1.7. Συσκευή Εναπόθεσης Χρυσού EMS	59
3.1.8. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης, SEM, FEI Nova NanoSEM 230	61

3.2. Προκαταρκτικές Δοκιμές	61
3.3. Προετοιμασία των Δοκιμών	62
3.3.1. Αρχικά Στάδια	62
3.3.2. Δοκίμια με τους Νανοσωλήνες Άνθρακα	65
3.3.3. Δοκίμια με τα Ανθρακονήματα για Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης	68
3.3.4. Δοκίμια με τα Ανθρακονήματα για Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης	69
3.4. Εκτέλεση των Πειραμάτων	71
3.4.1. Συναρμολόγηση της Πειραματικής Διάταξης	71
3.4.2. Προένταση του Δοκιμίου	72
3.4.3. Έναρξη των Μετρήσεων	72
3.5. Επεξεργασία των Αποτελεσμάτων	73
<u>Κεφάλαιο 4</u>	75
4. Αποτελέσματα	75
4.1. Δοκίμια με Νανοσωλήνες Άνθρακα (CNT)	75
4.1.1. Δοκίμιο PP με CNT	77
4.1.2. Δοκίμιο PP με CNT και Κυκλική Φόρτιση	82
4.2. Δοκίμια από ΡΕΕΚ και Ανθρακονήματα (CF)	85
4.2.1. Δοκίμια για Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης	90
4.2.1.1. Πρώτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης	92
4.2.1.2. Δεύτερο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης	94
4.2.1.3. Τρίτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης	96

4.2.1.4. Σύγκριση Αποτελεσμάτων για τα 3 Δοκίμια από PEEK με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης	98
4.2.2. Δοκίμια για Μέτρηση της Εγκάρσιας Αντίστασης	102
4.2.2.1. Πρώτο Δοκίμιο PEEK με CF με Μετρήσεις Αντίστασης	103
4.2.2.2. Δεύτερο Δοκίμιο PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης	107
4.2.2.3. Τρίτο Δοκίμιο PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης	111
4.2.2.4. Σύγκριση Αποτελεσμάτων για τα 3 Δοκίμια από PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης	115
4.2.3. Δοκίμια PEEK με CF με Τοποθέτηση των Ηλεκτροδίων Διαγωνίως του Δοκιμίου	119
4.2.3.1. Πρώτο Δοκίμιο PEEK με CF με Τοποθέτηση των Ηλεκτροδίων Διαγωνίως	120
4.2.3.2. Δεύτερο Δοκίμιο PEEK με CF με Τοποθέτηση των Ηλεκτροδίων Διαγωνίως	124
4.2.4. Σύγκριση των Μηχανικών Μεγεθών και για τα 8 Δοκίμια PEEK με CF	128
<u>Κεφάλαιο 5</u>	131
5. Συμπεράσματα	131
Βιβλιογραφία	133

Κεφάλαιο 1

Εισαγωγή

Υπάρχουν πολλές περιπτώσεις όπου είναι απαραίτητη η γνώση της φθοράς που έχει υποστεί ένα υλικό με μη καταστρεπτική μέθοδο (Health Monitoring). Για παράδειγμα στην αεροναυπηγική, στις κατασκευές και αλλού. Σκοπός αυτής της διπλωματικής εργασίας είναι να μελετηθεί το πώς συμπεριφέρεται η ηλεκτρική αγωγιμότητα ενός σύνθετου υλικού όταν αυτό υπόκειται σε μηχανική καταπόνηση. Απώτερος στόχος είναι μετρώντας την ηλεκτρική αντίσταση ενός υλικού, π.χ. ενός εξαρτήματος ή τμήματος μιας κατασκευής ή μιας μηχανής, να μπορούμε να έχουμε μία αξιόπιστη εκτίμηση του βαθμού φθοράς που έχει υποστεί καθώς και αν βρίσκεται κοντά στην αστοχία. Έτσι π.χ. ο τεχνικός κατά την συντήρηση και επισκευή ενός αεροσκάφους να μπορεί μετρώντας την ηλεκτρική αντίσταση του υλικού νευραλγικών εξαρτημάτων να προσδιορίζει αν θέλουν αντικατάσταση ή όχι. Ομοίως και ο πιλότος, κατά την πτήση να μπορεί να παρακολουθεί από κατάλληλα όργανα στον πίνακα οργάνων την κατάσταση κάποιων υποσυστημάτων και να αποφασίζει έγκαιρα ενδεχόμενη προσγείωση του αεροπλάνου. Οπότε, πιθανές εφαρμογές δεν αφορούν μόνο το μη καταστρεπτικό έλεγχο, αλλά επιτρέπουν αυτός να γίνεται και επί τόπου (on site), ακόμα και από τον ίδιο τον χρήστη.

Στα πλαίσια αυτής της εργασίας μετρήθηκαν διάφορα νανοσύνθετα υλικά που ήταν αγωγίμα στο ηλεκτρικό ρεύμα. Η βασική ιδέα έχει ως εξής: Το κάθε δείγμα εφελκύεται μέχρι την θραύση του με σταθερό και χαμηλό ρυθμό με ταυτόχρονη μέτρηση της μηχανικής τάσης, της σχετικής παραμόρφωσης και της ηλεκτρικής αντίστασής του. Κατόπιν μελετάται το πώς συσχετίζεται η μεταβολή των μηχανικών μεγεθών με την μεταβολή της ηλεκτρικής αντίστασης του δείγματος. Με άλλα λόγια, μελετήθηκε το αν η αντίσταση «παρακολουθεί» τον εφελκυσμό του δείγματος και πώς. Επίσης γίνανε και μετρήσεις με κυκλική φόρτιση για να εξαχθούν συμπεράσματα για την μεταβολή της αντίστασης του δείγματος όταν αυτό υπόκειται σε μηχανική κόπωση.

Κεφάλαιο 2

Θεωρητική Προσέγγιση

Οι ιδιότητες μιας πολυμερικής μήτρας μπορεί να αλλάξουν σημαντικά με την προσθήκη του κατάλληλου εγκλείσματος σε συγκεκριμένες αναλογίες. Γι' αυτό είναι συνήθης πρακτική να χρησιμοποιούνται διάφορα υλικά ως εγκλείσματα προκειμένου να βελτιώνουν ή να μεταβάλλουν κατά βούληση συγκεκριμένες ιδιότητες του αρχικού υλικού. Για παράδειγμα, οι νανοσωλήνες άνθρακα και τα ανθρακονήματα μπορούν να αυξήσουν την αντοχή, το μέτρο ελαστικότητας και την ηλεκτρική αγωγιμότητα ενός υλικού, καθώς επίσης και να μεταβάλλουν ένα υλικό από μονωτικό σε αγώγιμο στο ηλεκτρικό ρεύμα.

2.1. Μηχανική Συμπεριφορά των Υλικών

2.1.1. Μηχανική Συμπεριφορά των Όλκιμων Υλικών

Όταν ένα δοκίμιο από όλκιμο υλικό εφελκύεται με σταθερό και μικρό ρυθμό επιμήκυνσης, τότε η μηχανική τάση που αναπτύσσεται αυξάνεται γραμμικά με την σχετική παραμόρφωση, αλλά μέχρι ένα σημείο. Η κλίση αυτής της ευθείας είναι το μέτρο ελαστικότητας του υλικού και στο SI μετριέται σε Pascal [1,2,3]. Η σχετική παραμόρφωση (strain) στα πειράματα εφελκυσμού είναι η μεταβολή του μήκους του δοκιμίου ως προς το αρχικό του μήκος και είναι αδιάστατος αριθμός δηλαδή [1,2,3]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta \ell}{\ell_0} = \frac{\ell - \ell_0}{\ell_0} \quad (2.1)$$

Όπου ℓ_0 είναι το αρχικό μήκος του δοκιμίου. Στα πειράματα, για καλύτερη απεικόνιση των γραφημάτων, συνήθως η σχετική παραμόρφωση εκφράζεται επί τοις εκατό, δηλαδή [1,2,3]:

$$\varepsilon (\%) = \frac{\Delta \ell}{\ell_0} \times 100\% \quad (2.2)$$

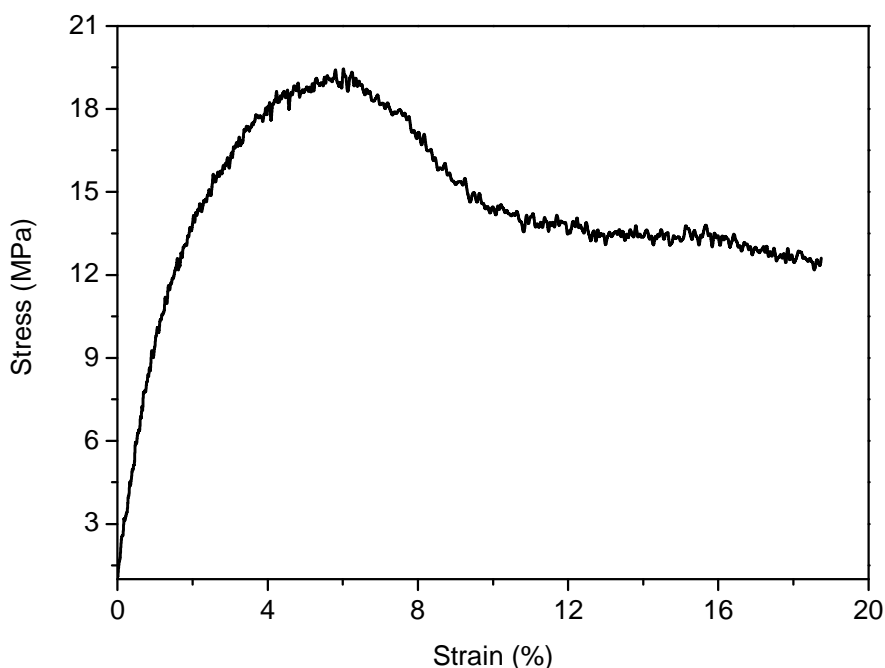
Η μηχανική τάση (stress) είναι ο λόγος της εφελκυστικής δύναμης που ασκείται στο δοκίμιο προς το εμβαδό της διατομής του και στο SI έχει μονάδα μέτρησης το Pascal $\left(\text{Pa} = \frac{\text{Newton}}{\text{m}^2} \right)$, δηλαδή [1,2,3]:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2.3)$$

Κατά τη φάση που το διάγραμμα τάσης παραμόρφωσης του δοκιμίου εξελίσσεται γραμμικά, αυτό βρίσκεται στην ελαστική περιοχή. Δηλαδή αν αποφορτίσουμε το δοκίμιο, αυτό θα επιστρέψει στο μήκος που είχε πριν τη φόρτιση. Άρα αρχικά αποθηκεύει την ενέργεια και μετά την αποδίδει πίσω.

Καθώς συνεχίζεται η φόρτιση και πέραν της ελαστικής περιοχής, το δοκίμιο περνάει το όριο διαρροής και μπαίνει στην πλαστική περιοχή. Τότε η κλίση του διαγράμματος μειώνεται σταδιακά και, η γραμμή, από ευθεία γίνεται καμπύλη, οπότε το δοκίμιο έχει διαρρεύσει. Εδώ, αν αποφορτιστεί το δοκίμιο δεν θα επιστρέψει στο αρχικό του μήκος, αλλά θα έχουμε μία παραμένουσα παραμόρφωση και το δοκίμιο δεν απέδωσε όλη την ενέργεια που είχε απορροφήσει. Επειδή από αυτό το σημείο και μετά το υλικό αρχίζει να έχει μη αναστρέψιμες βλάβες, όπως μικρορωγμές, συνήθως στην πράξη, π.χ. στις κατασκευές, επιθυμούμε τα υλικά να βρίσκονται μέσα στην ελαστική τους περιοχή για όσο το δυνατό μεγαλύτερο τμήμα της ζωής τους και κυρίως όταν δέχονται επαναλαμβανόμενη φόρτιση, όπου υφίστανται κόπωση. Γι' αυτό είναι σημαντικό να ξέρουμε αν το υλικό βρίσκεται στην ελαστική του περιοχή ή αν πλησιάζει στην διαρροή ή αν έχει διαρρεύσει ή αν πλησιάζει στη θραύση κ.λ.π.

Καθώς συνεχίζεται η επιμήκυνση του δοκιμίου μέσα στη πλαστική του περιοχή, υπάρχει ένα σημείο όπου η τάση γίνεται μέγιστη. Αυτή είναι και η αντοχή του δοκιμίου. Μετά το δοκίμιο αρχίζει να κάνει λαιμό και η τάση να πέφτει μέχρι που το δοκίμιο φτάνει στο όριο θραύσης και σπάει. Ο λαιμός είναι μία περιοχή του δοκιμίου όπου η διατομή του αρχίζει να μειώνεται και στο τέλος εκεί θα εκδηλωθεί η επιφάνεια θραύσης. Το παρακάτω γράφημα περιγράφει τη συμπεριφορά ενός ολικίου δοκιμίου από αυτά που μετρήθηκαν στα πλαίσια της εργασίας.



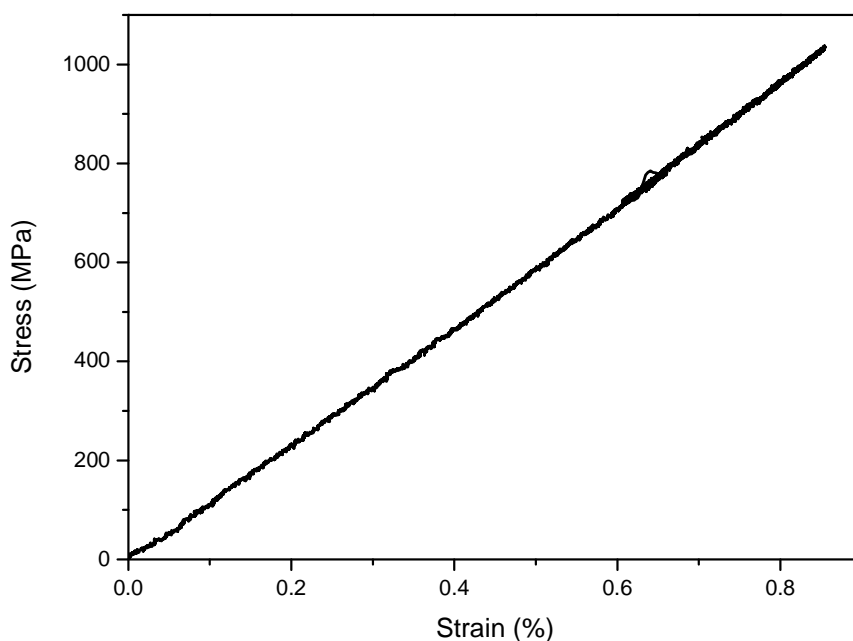
Σχήμα 2.1. Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης (Stress-Strain) υλικού με όλκιμη συμπεριφορά

Παρατηρούμε ότι αρχικά υπάρχει μία σχεδόν ευθεία περιοχή κατά την οποία το δοκίμιο βρίσκεται στην ελαστική του φάση. Από ένα σημείο και μετά παρατηρούμε την είσοδο του δοκιμίου στην πλαστική του φάση, όπου αρχίζει και διαρρέει. Η κλίση σταδιακά μειώνεται και η τάση κάποια στιγμή κάνει μέγιστο στα 20 MPa που είναι και η αντοχή του. Ύστερα μειώνεται. Τέλος επέρχεται η θραύση, με το δοκίμιο να έχει σχετική παραμόρφωση 0.2 ή 20 %. Τα μικρά σκαμπανεβάσματα στο γράφημα είναι θόρυβος των μετρητικών διατάξεων.

2.1.2. Μηχανική Συμπεριφορά των Ψαθυρών Υλικών

Ένα δοκίμιο από ψαθυρό υλικό, σε αντίθεση με ένα όλκιμο, μόλις βγει από την ελαστική του περιοχή σπάει σχεδόν αμέσως. Δηλαδή, το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης πρακτικά δεν έχει σχεδόν καθόλου πλαστική περιοχή. Η αντοχή του είναι η μέγιστη τάση και το μέτρο ελαστικότητας είναι η κλίση της ευθείας. Όταν το δοκίμιο είναι ινώδες, όπως εδώ, η ευθεία της καμπύλης παρουσιάζει μεταβολές στην κλίση της, καθώς επίσης και σκαμπανεβάσματα ή μικρά σκαλοπατάκια. Αυτό οφείλεται στο σπάσιμο ινών στο εσωτερικό του. Σ' αυτή τη περίπτωση το μέτρο ελαστικότητας βρίσκεται από την κλίση του αρχικού τμήματος της καμπύλης πριν αρχίσουν να σπάνε οι ίνες. Στο παρακάτω διάγραμμα,

που είναι από τις μετρήσεις σε ινώδες υλικό που έγιναν στα πλαίσια αυτής της εργασίας, απεικονίζεται αυτή η συμπεριφορά.



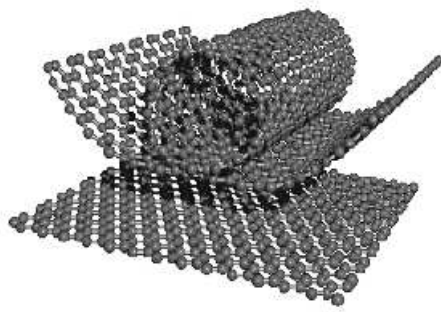
Σχήμα 2.2. Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης (Stress-Strain) υλικού με ψαθυρή συμπεριφορά

Παρατηρούμε ότι το διάγραμμα είναι πρακτικά μία ευθεία γραμμή. Η αντοχή του υλικού είναι 1100 MPa περίπου, όπου επέρχεται η θραύση. Η σχετική παραμόρφωση εκείνη τη στιγμή είναι περίπου 0.009 ή 0.9%. Το μέτρο ελαστικότητας είναι 120 GPa περίπου. Βλέπουμε ότι δεν υπάρχει καθόλου περιοχή διαρροής του δοκιμίου. Στην ουσία, σπάει μόλις εξαντλήσει την ελαστική του περιοχή. Τα μικρά скаμπανεβάσματα οφείλονται σε θόρυβο του εξοπλισμού, ενώ τα λίγο μεγαλύτερα, σε θραύση ινών.

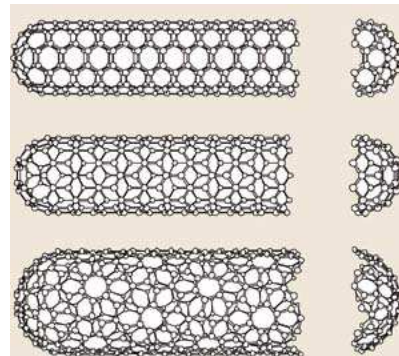
2.2. Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα

2.2.1. Μηχανικές Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα

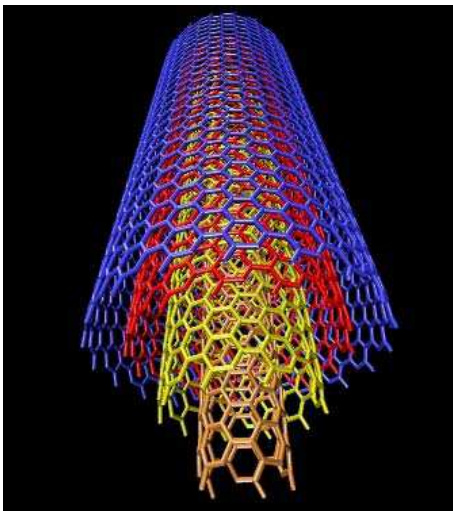
Οι νανοσωλήνες άνθρακα αποτελούνται από άτομα άνθρακα με κατάλληλους δεσμούς μεταξύ τους ώστε να σχηματίζουν έναν κυλινδρικό σωλήνα του οποίου το μήκος είναι πολλές τάξεις μεγέθους μεγαλύτερο από τη διάμετρο, περίπου 10^3 με 10^4 . Η διάμετρός τους είναι μερικά άτομα άνθρακα, ενώ το μήκος τους αρκετά νανόμετρα ή και αρκετά μικρόμετρα. Το κάθε άκρο τους καλύπτεται από μισό φουλερένιο το καθένα. Ένα φουλερένιο αποτελείται από άτομα άνθρακα κατάλληλα συνδεδεμένα μεταξύ τους ώστε να σχηματίζουν μία σφαίρα διαμέτρου μερικών ατόμων άνθρακα. Οι νανοσωλήνες άνθρακα διακρίνονται σε μονού και πολλαπλού τοιχώματος. Οι πολλαπλού τοιχώματος αποτελούνται από πολλές στρώσεις ομόκεντρων νανοσωλήνων άνθρακα ενώ οι μονού, από μία [4,5,6]. Στις παρακάτω εικόνες απεικονίζονται διάφοροι τύποι μονού και πολλαπλού τοιχώματος και το μισό φουλερένιο σε κάθε άκρο του, καθώς και πως μπορεί μία εξαγωνική δομή από γραφένιο να «τυλιχτεί» δημιουργώντας έναν νανοσωλήνα.



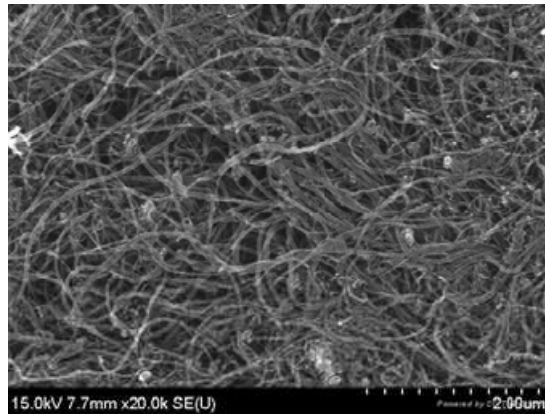
(α)



(β)

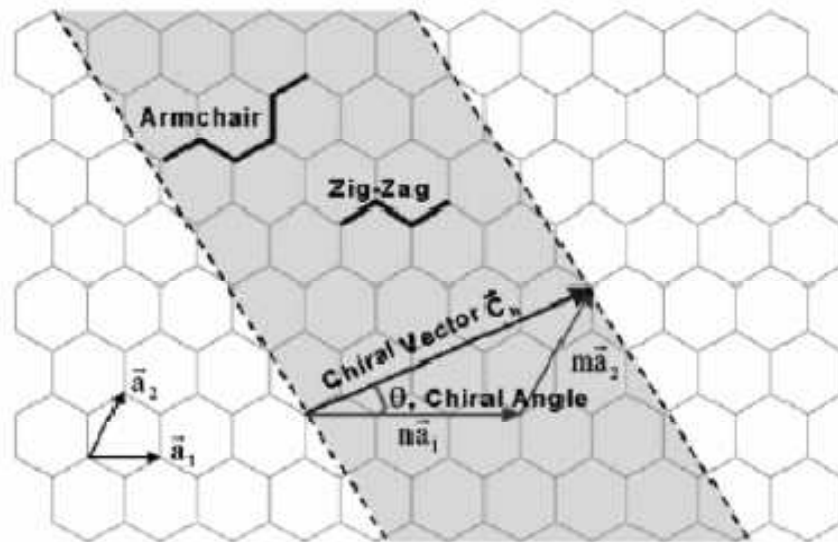


(γ)



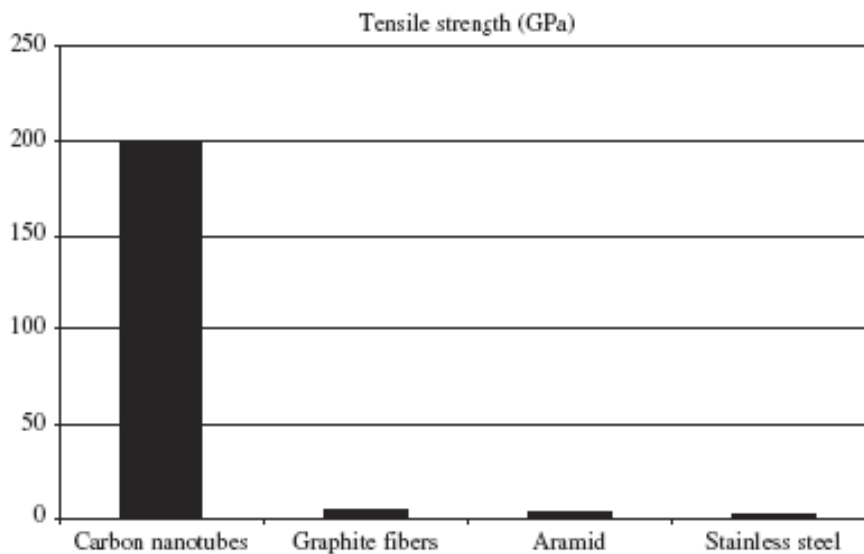
(δ)

Σχήμα 2.3. (α) Γραφική απεικόνιση δημιουργίας νανοσωλήνα άνθρακα από επίπεδο γραφίτη
 (β) Διάφοροι τύποι μονού τοιχώματος νανοσωλήνα άνθρακα
 (γ) Νανοσωλήνας άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος
 (δ) Εικόνα ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διέλευσης (SEM), δεσμίδας νανοσωλήνων άνθρακα [5].



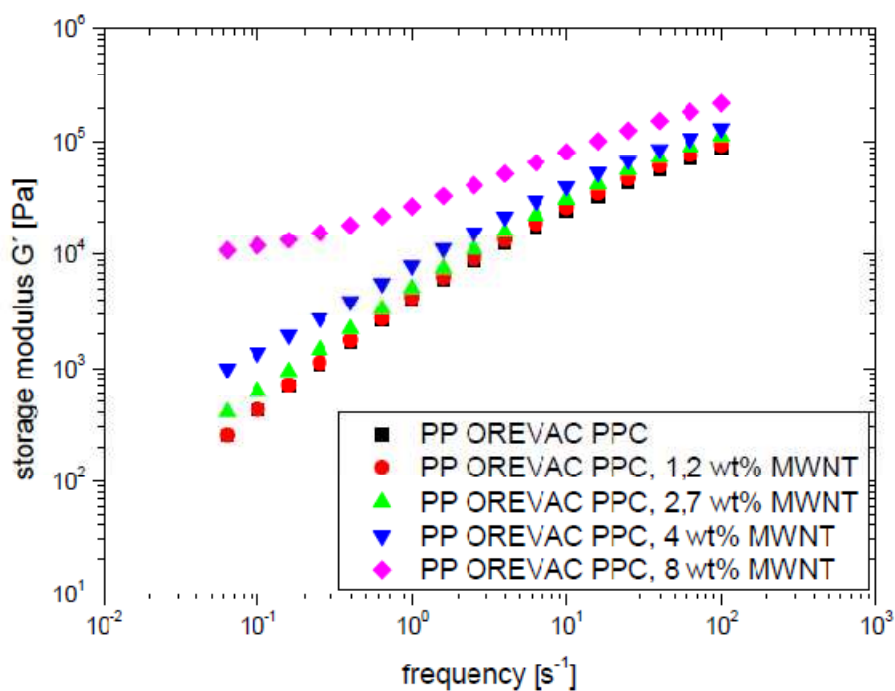
Σχήμα 2.4. Εξαγωνική δομή γραφενίου που όταν «τυλιχτεί» σχηματίζει έναν νανωσωλήνα άνθρακα [7].

Οι νανωσωλήνες άνθρακα έχουν εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες, όπως εφελκυστική αντοχή μερικά GPa και μέτρο ελαστικότητας μερικά TPa, και, σαν έγκλεισμα, βελτιώνουν τις μηχανικές ιδιότητες της μήτρας, δίνοντας ένα νανωσύνθετο υλικό με πολύ καλύτερες μηχανικές ιδιότητες από αυτές που έχει το υλικό της μήτρας. Ενδεικτικά παρατίθεται ένα σχήμα όπου συγκρίνονται με άλλα υλικά.



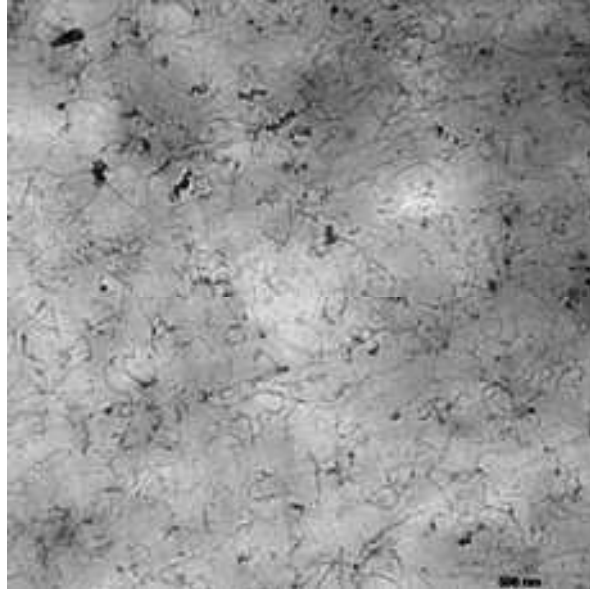
Σχήμα 2.5. Σύγκριση εφελκυστικής αντοχής νανωσωλήνων άνθρακα με συνήθη υλικά [8].

Στο παρακάτω διάγραμμα φαίνεται πως βελτιώνονται οι μηχανικές ιδιότητες του νανოსύνθετου, ειδικά τροποποιημένο πολυπροπυλένιο για καλύτερη συμβατότητα με το έγκλεισμα, με την προσθήκη νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος σε διάφορες περιεκτικότητες. Γι' αυτή την εργασία χρησιμοποιήθηκε PP με 6 %wt MWCNT.



Σχήμα 2.6. Βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων νανοσύνθετων υλικών με την αύξηση της περιεκτικότητας σε νανοσωλήνες άνθρακα [6].

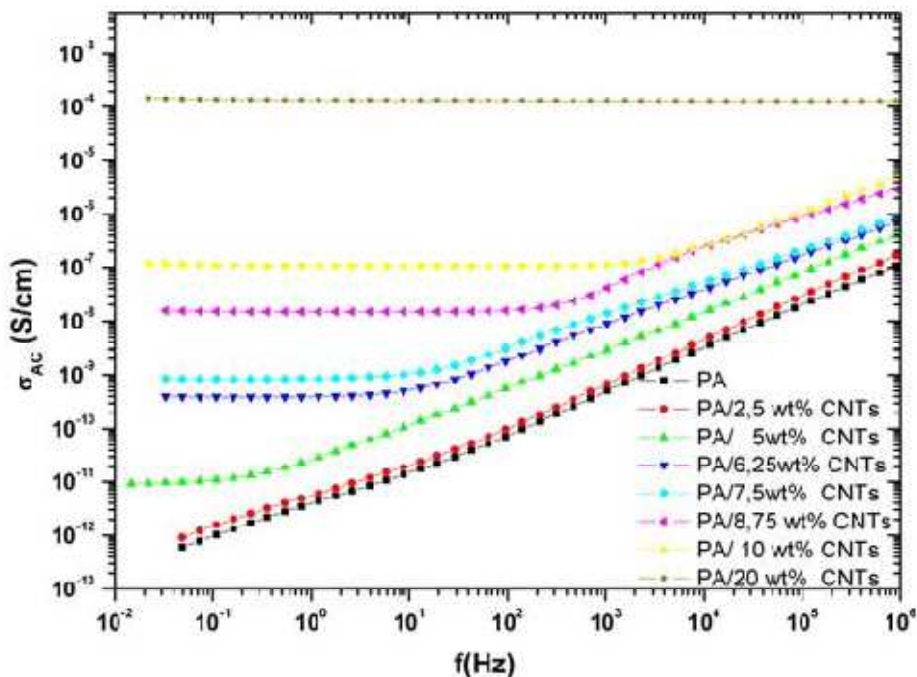
Οι νανοσωλήνες άνθρακα μέσα σε ένα σύνθετο υλικό, όπως αυτά που χρησιμοποιήθηκαν σε αυτή την εργασία είναι καλά διασκορπισμένοι σε όλη τη μάζα του, έχουν τυχαίο προσανατολισμό και δημιουργούν ένα δίκτυο. Η εικόνα του σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο είναι όπως στο Σχ. 2.7.



Σχήμα 2.7. Δίκτυο νανοσωλήνων άνθρακα σε πολυμερική μήτρα [9].

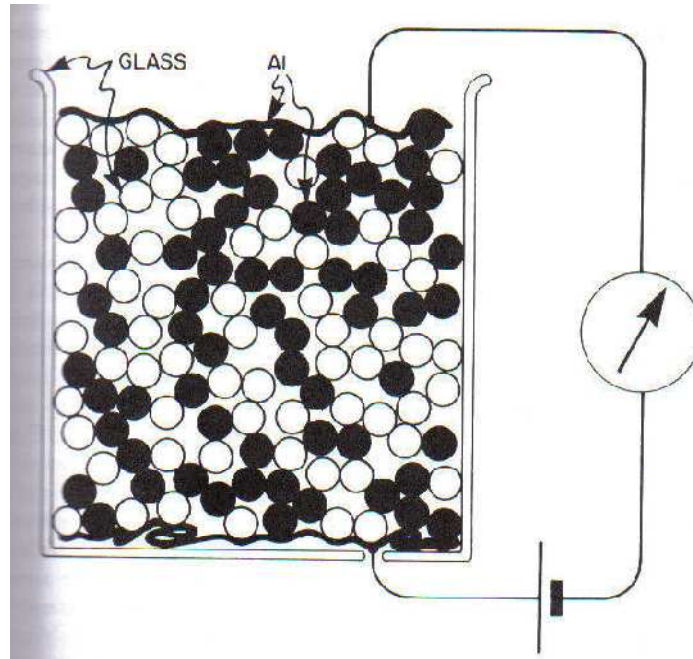
2.2.2. Ηλεκτρικές Ιδιότητες των Σύνθετων Υλικών με Νανοσωλήνες Άνθρακα

Οι νανοσωλήνες άνθρακα είναι αγώγιμοι στο ηλεκτρικό ρεύμα. Μέσα στο σύνθετο υλικό οι γειτονικοί νανοσωλήνες βρίσκονται σε αποστάσεις μεταξύ τους που κυμαίνονται από 3 έως 10 νανόμετρα περίπου, η οποίες είναι αρκετές ώστε να δημιουργηθούν ρεύματα σήραγγας αν εφαρμοστεί ηλεκτρική τάση στα άκρα του δοκιμίου [9]. Έτσι, εκτός από τις μηχανικές ιδιότητες, βελτιώνεται και η ηλεκτρική αγωγιμότητα του υλικού, ή, αν είναι μονωτικό, γίνεται αγώγιμο στο ηλεκτρικό ρεύμα. Στο παρακάτω διάγραμμα φαίνεται η βελτίωση της ηλεκτρικής συμπεριφοράς ενός σύνθετου υλικού για διάφορες περιεκτικότητες σε νανοσωλήνες άνθρακα, πολυαμίδιο 6 (νάυλον) με MWCNT.



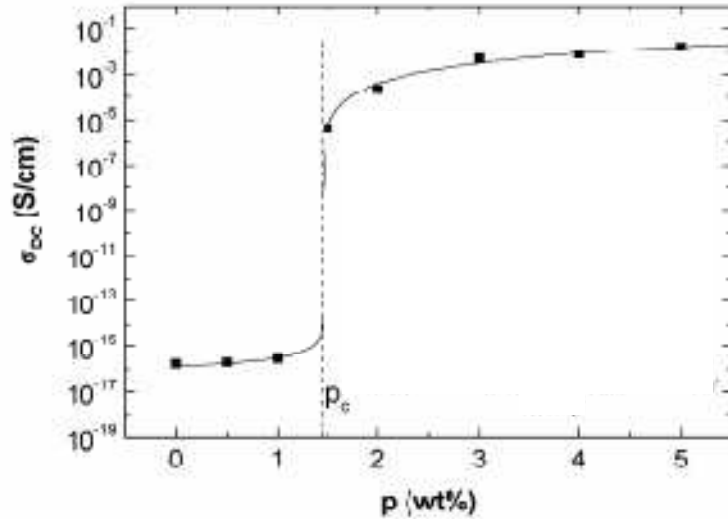
Σχήμα 2.8. Αύξηση της ηλεκτρικής αγωγιμότητας σύνθετου υλικού συναρτήσει της αύξησης της περιεκτικότητας σε νανοσωλήνες άνθρακα [10].

Όταν η μήτρα είναι μονωτικό υλικό, υπάρχει ένα όριο της κατ' όγκο περιεκτικότητας σε νανοσωλήνες, πάνω από το οποίο το υλικό γίνεται αγωγίμο. Αυτό είναι το κατώφλι ηλεκτρικής αγωγιμότητας του υλικού. Σύμφωνα με τη θεωρία διαφυγής (percolation theory) [6], όταν η ποσότητα του εγκλείσματος είναι παραπάνω από ένα όριο, κατώφλι διαφυγής (percolation threshold), τότε είναι αρκετή ώστε να δημιουργηθεί μία ελάχιστη αγωγίμη διαδρομή από αγωγίμο εγκλείσμα μέσα στη μονωτική μήτρα, με αποτέλεσμα το σύνθετο υλικό να παρουσιάζει ηλεκτρική αγωγιμότητα. Παραστατικά αυτό μπορεί να παρουσιαστεί με το παρακάτω σχήμα, όπου έχουν αναμειχθεί ηλεκτρικά αγωγίμες σφαίρες π.χ. από αλουμίνιο, με το μαύρο χρώμα, με μονωτικές π.χ. από γυαλί, με το άσπρο χρώμα, μέσα σε γυάλινο κύλινδρο, στα άκρα του οποίου υπάρχουν μεταλλικά ηλεκτρόδια, όπου εφαρμόζουμε ηλεκτρική τάση και μετράμε το ρεύμα στο κύκλωμα.



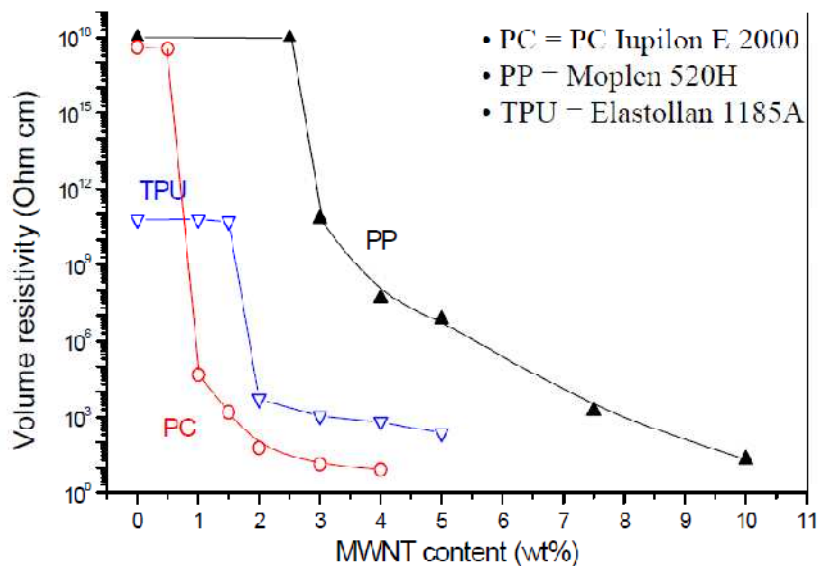
Σχήμα 2.9. Θεωρία διαφυγής σε 3 διαστάσεις [11].

Θεωρητικά, με τη βοήθεια της στατιστικής, αλλά και πρακτικά, όπως έχει αποδειχθεί από πειράματα, για σφαίρες, το κατώφλι αγωγιμότητας είναι 0.16 ή 16 % περιεκτικότητα κατ' όγκο σε χώρο τριών διαστάσεων. Σε χώρο δύο διαστάσεων το όριο αυτό γίνεται 50 %, ενώ σε μία διάσταση είναι 100 %, δηλαδή μία γραμμή από αγώγιμες σφαίρες. Όταν όμως το έγκλεισμα έχει πολύ μεγάλη τη μία του διάσταση σε σχέση με τις άλλες, όπως συμβαίνει με τους νανοσωλήνες άνθρακα, τότε το παραπάνω όριο του 16 % μπορεί να μειωθεί πάρα πολύ, λόγω του σχήματος του φορέα αγωγιμότητας που πλέον δεν είναι σφαιρικό, αλλά βελονοειδές [6]. Στο παρακάτω διάγραμμα απεικονίζεται η μεταβολή της αγωγιμότητας συνεχούς ρεύματος υλικού με μήτρα πολυκαρβονικό, PC, και έγκλεισμα νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος συναρτήσεως της περιεκτικότητας εγκλείσματος κατά βάρος. Έχει χρησιμοποιηθεί η κατά βάρος αναλογία, αντί η κατ' όγκο, γιατί είναι πιο εύκολο να μετρηθεί και η πυκνότητες μήτρας και εγκλείσματος δεν διαφέρουν πολύ, με αποτέλεσμα και τα παραπάνω κλάσματα να μην διαφέρουν πολύ μεταξύ τους.

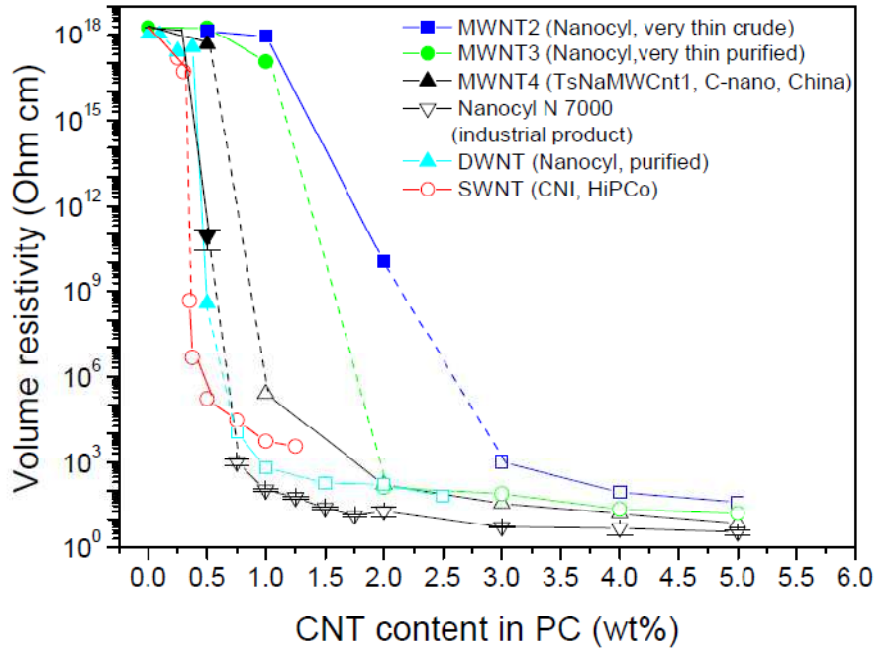


Σχήμα 2.10. Διάγραμμα ηλεκτρικής αγωγιμότητας συναρτήσει της κατά βάρος περιεκτικότητας MWCNT σε PC [12].

Όπως παρατηρούμε, το κατώφλι αγωγιμότητας είναι 1.5 %, δηλαδή πολύ πιο κάτω από 16 %, λόγω του σχήματος του εγκλείσματος. Για νανοσωλήνες μονού τοιχώματος, το όριο αυτό γίνεται ακόμα μικρότερο. Επίσης, για άλλες μήτρες ή άλλους τύπους νανοσωλήνων άνθρακα το όριο αυτό είναι διαφορετικό, όπως φαίνεται στα παρακάτω διαγράμματα.

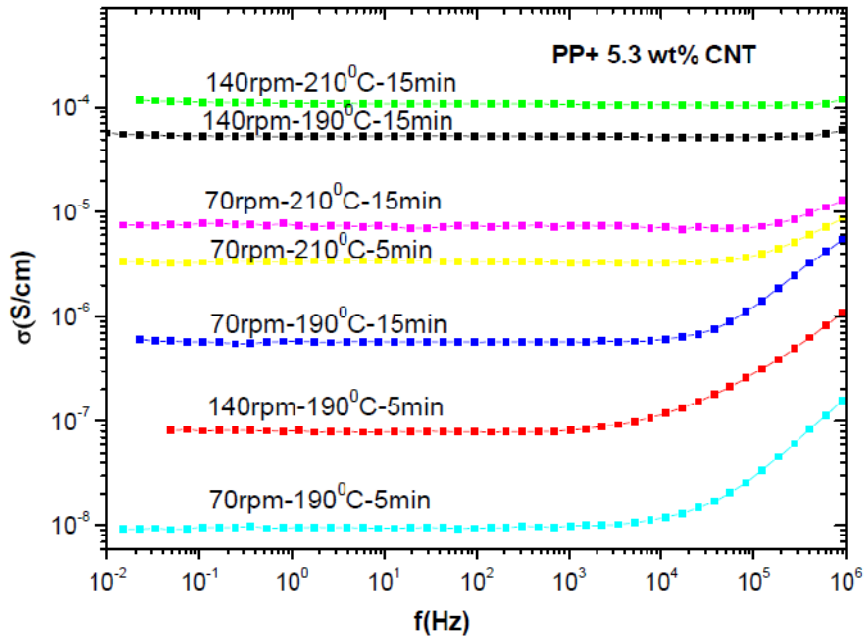


Σχήμα 2.11. Ηλεκτρική Αντίσταση συναρτήσει της περιεκτικότητας σε MWCNT για διάφορες μήτρες [13].



Σχήμα 2.12. Ηλεκτρική Αντίσταση συναρτήσει της περιεκτικότητας διαφόρων τύπων CNT σε PC [14].

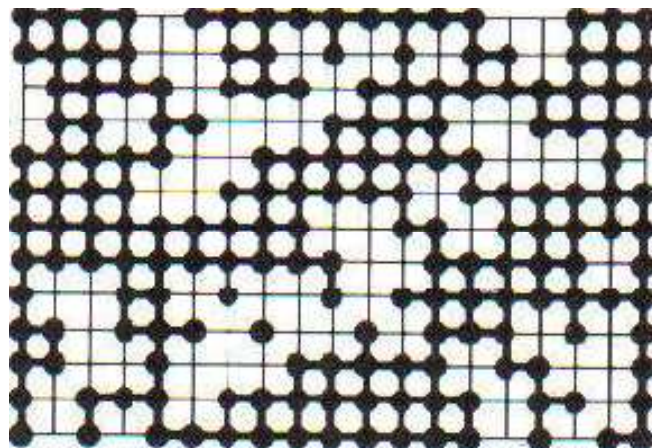
Επίσης, οι ηλεκτρικές ιδιότητες ενός υλικού είναι και συνάρτηση των συνθηκών παρασκευής του. Δηλαδή μπορεί να έχουμε δύο δείγματα που αποτελούνται από την ίδια μήτρα και έγκλεισμα στην ίδια αναλογία, αλλά να έχουν διαφορετική συμπεριφορά λόγω διαφορετικών συνθηκών κατά την παρασκευή, όπως διαφορετική θερμοκρασία ή ταχύτητα ή χρόνος ανάμειξης. Στο παρακάτω γράφημα βλέπουμε αυτήν την διαφοροποίηση στην ηλεκτρική αγωγιμότητα πολυπροπυλενίου με 5.3 wt% νανοσωλήνες άνθρακα.



Σχήμα 2.13. Διαφοροποίηση στην ηλεκτρική συμπεριφορά δοκιμίου PP με 5.3 wt% CNT για διάφορες συνθήκες θερμοκρασίας, χρόνου και ταχύτητας ανάμειξης κατά την παρασκευή του [6].

2.2.3. Ηλεκτρικές Ιδιότητες Νανοσύνθετων Υλικών κατά τον Εφελκυσμό

Κατά τον εφελκυσμό του νανοσύνθετου δοκιμίου, δημιουργούνται μικρορωγμές στο εσωτερικό του με συνέπεια οι νανοσωλήνες άνθρακα να μετακινούνται και να αναδιατάσσονται, σπάζοντας έτσι πολλά αγωγή μονοπάτια, με αποτέλεσμα να αυξάνεται η ηλεκτρική αντίσταση του δοκιμίου. Αυτό περιγράφεται παραστατικά με το παρακάτω σχήμα.



Σχήμα 2.14. Σχηματισμός αγωγικών διαδρομών μέσα στο σύνθετο υλικό [15].

Αν υποθέσουμε ότι το πλέγμα είναι η μήτρα που είναι μονωτικό υλικό και οι μαύρες κουκίδες είναι το αγώγιμο έγκλεισμα, π.χ. νανοσωλήνες άνθρακα, τότε βλέπουμε πώς αυτές ενώνονται δημιουργώντας αγώγιμες διαδρομές. Αν υποθέσουμε ότι το υλικό εφελκυστεί ή δημιουργηθούν μικρορωγμές, τότε πολλές από αυτές τις αγώγιμες διαδρομές παύουν να υφίστανται, λόγω αναδιάταξης ή απομάκρυνσης των νανοσωλήνων μεταξύ τους. Έτσι οι αγώγιμες διαδρομές που έχουν απομείνει είναι λιγότερες με αποτέλεσμα το υλικό να έχει μειωμένη ηλεκτρική αγωγιμότητα. Στην εργασία αυτή έχουν μετρηθεί υλικά που παρουσιάζουν αυτό το μηχανισμό αγωγιμότητας.

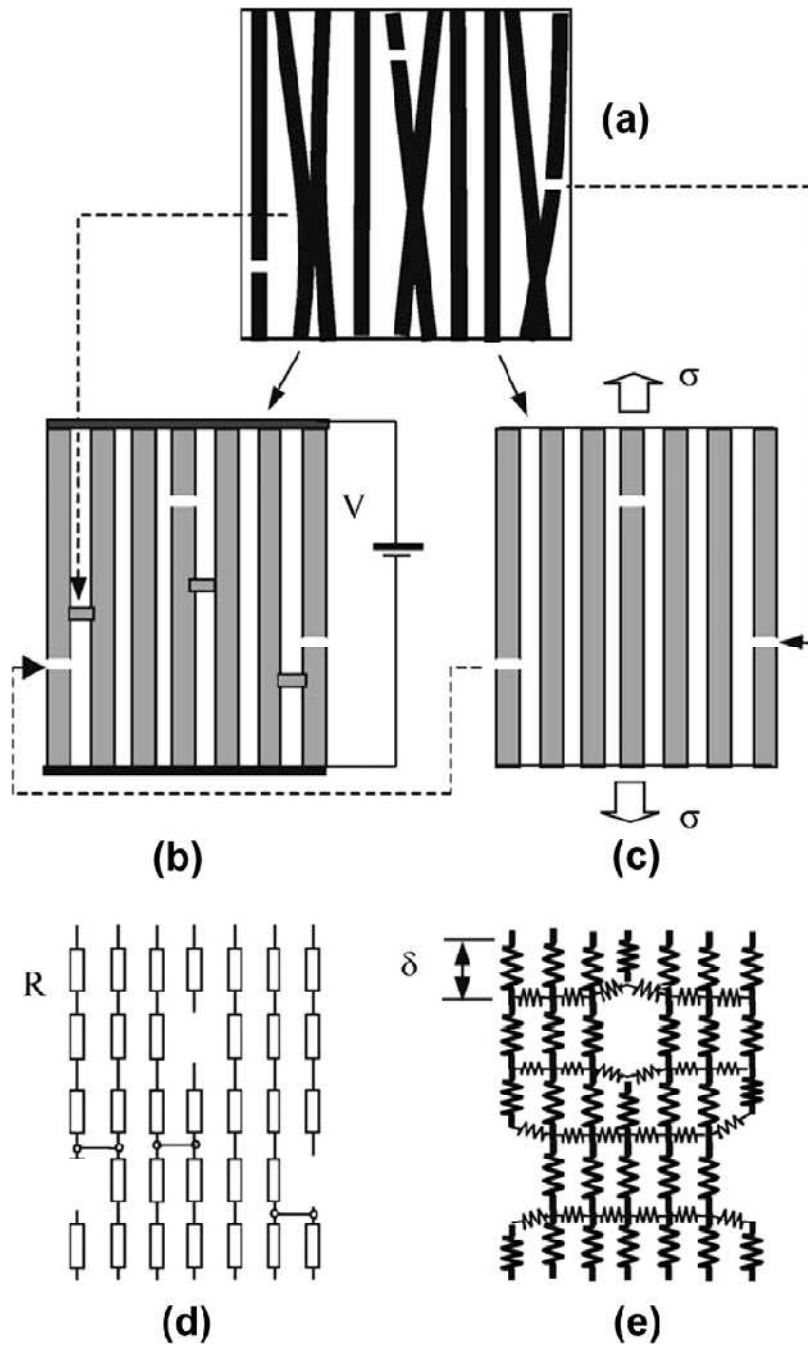
2.3. Ιδιότητες των Υλικών με Ανθρακονήματα

2.3.1. Μηχανική Συμπεριφορά των Υλικών με Ανθρακονήματα

Η μηχανική συμπεριφορά των δοκιμών με τα ανθρακονήματα είναι σημαντικά καλύτερη από αυτή της πολυμερικής μήτρας εξ αιτίας της πολύ μεγάλης αντοχής, περίπου 7 GPa, και μέτρου ελαστικότητας που έχουν τα ανθρακονήματα. Όμως, λόγω της διάταξής τους κατά μία διάσταση, στα δοκίμια που μετρήθηκαν υπάρχει έντονη ανισοτροπικότητα στη μηχανική συμπεριφορά του υλικού εξ αιτίας του προσανατολισμού των ινών. Για παράδειγμα, όπως προέκυψε και από τις μετρήσεις, η εφελκυστική αντοχή ενός δοκιμίου που ήταν ενισχυμένο με ανθρακονήματα πλησίασε τα 2 GPa όταν η φόρτιση ήταν παράλληλα με τις ίνες του, δηλαδή μέγιστο φορτίο 1800 N για διατομή 0.9 mm². Σε διεύθυνση φόρτισης, όμως, κάθετη προς τη φορά των ινών, το δοκίμιο αστοχούσε ακόμα και με μερικά Newton.

2.3.2. Ηλεκτρική Συμπεριφορά των Υλικών με Ανθρακονήματα

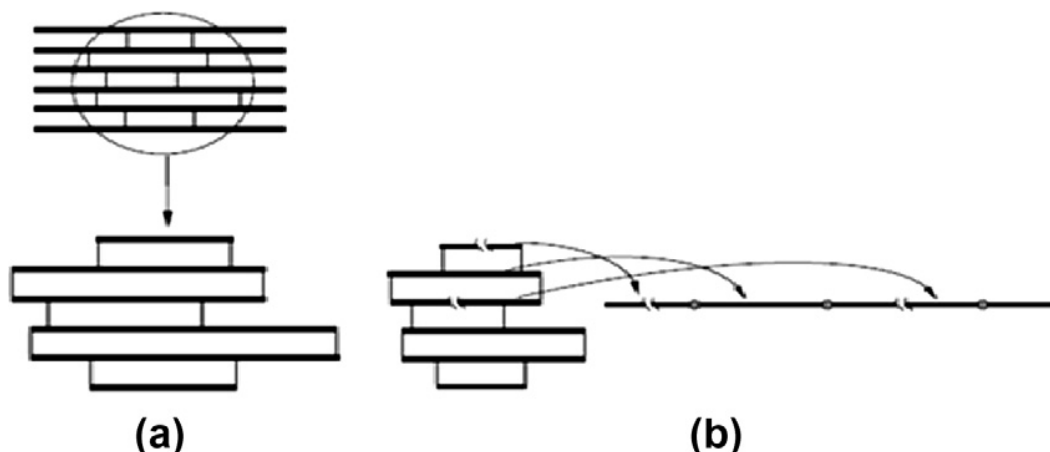
Στα δοκίμια με ανθρακονήματα και μονωτική πολυμερική μήτρα η αγωγιμότητα οφείλεται στις ίνες άνθρακα, οι οποίες διατρέχουν το δοκίμιο από άκρη σ' άκρη, με αποτέλεσμα να δημιουργείται αγώγιμη οδός. Σε ινώδες υλικό το μοντέλο των Zia, Okabe, Park και άλλων περιγράφει τη συμπεριφορά του υλικού κατά τη διενέργεια πειράματος εφελκυσμού που δίνεται από το παρακάτω σχήμα και προσομοιώνεται με δίκτυο ηλεκτρικών αντιστάσεων και ελατηρίων για τη περιγραφή της ηλεκτρικής και της μηχανικής συμπεριφοράς του υλικού αντίστοιχα [16-22].



Σχήμα 2.15. Μοντέλο ιώδους υλικού κατά τη διενέργεια πειράματος εφελκυσμού. (a) Σκαρίφημα του πραγματικού υλικού, (b) και (c) ισοδύναμο δίκτυο ιών, (d) και (e) ισοδύναμο δίκτυο αντιστάσεων και ελατηρίων για την περιγραφή της ηλεκτρικής και μηχανικής συμπεριφοράς του υλικού [16].

Οι φορείς της αγωγιμότητας είναι οι ίνες άνθρακα. Καθώς εφελκύεται το υλικό, αυτές εφελκύνονται και αρχίζουν να σπάνε. Όταν σπάνε ίνες τότε το εφελκυστικό φορτίο καλούνται να το παραλάβουν οι υπόλοιπες. Ομοίως μειώνονται και οι αγωγίμες οδοί, αυξάνοντας έτσι την ηλεκτρική αντίσταση καθότι η μονωτική μήτρα

περιβάλλει τις ίνες και δεν τις αφήνει να έρθουν σε επαφή με γειτονικές τους που δεν έχουν σπάσει. Από την άλλη πλευρά, επειδή σταδιακά καταστρέφεται και η μήτρα, τότε αρχίζουν να έρχονται σε επαφή γειτονικές ίνες μεταξύ τους, με αποτέλεσμα να έχουμε παροδική μείωση της αντίστασης. Πάνω σε αυτό η ίδια ομάδα έχει εξάγει και έναν μαθηματικό τύπο που περιγράφει τη σχετική μεταβολή της αντίστασης [18, 20]. Αντικαθιστώντας στο μοντέλο τις αντιστάσεις με μακρύ αγώγιμο σύρμα, [17, 18, 20], έχουμε την παρακάτω εικόνα:

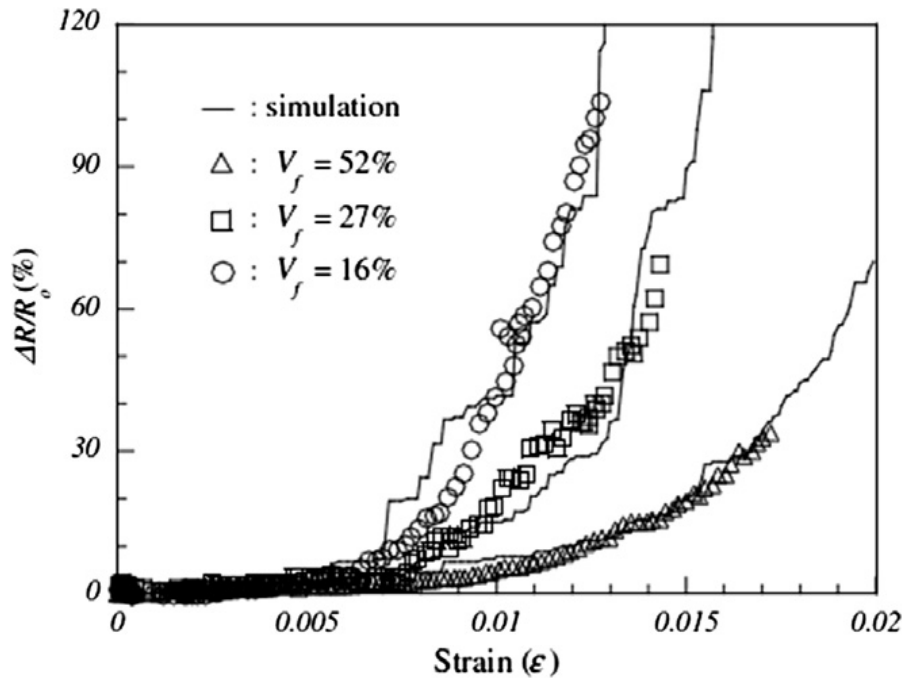


Σχήμα 2.16. Μετασχηματισμός μίας μονάδας παράλληλων κελιών με αντιστάσεις σε ένα μακρύ αγώγιμο σύρμα. Οι παχιές μαύρες οριζόντιες γραμμές είναι οι ίνες, ενώ οι λεπτές κάθετες είναι οι επαφές μεταξύ τους. (a) Μία μονάδα από παράλληλα κελιά με τυχαία σημεία επαφής και (b) ο μετασχηματισμός της σε ένα μακρύ αγώγιμο καλώδιο με τυχαία κατανομή των κόμβων [20].

Με αυτό το μοντέλο η μεταβολή της σχετικής αντίστασης προκύπτει από την σχέση [20]:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{(1 + \alpha \varepsilon)}{\frac{\ell_{eff}}{\ell_0}} - 1, \quad (2.4)$$

όπου ΔR είναι η μεταβολή της αντίστασης κατά τη διάρκεια του πειράματος εφελκυσμού, R_0 είναι η αρχική αντίσταση, ℓ_0 είναι το αρχικό μήκος του σύρματος και ℓ_{eff} είναι το υπόλοιπο αγώγιμο κομμάτι του σύρματος για σχετική παραμόρφωση ε , ενώ το α είναι σταθερά αναλογίας. Στην παρακάτω εικόνα επιβεβαιώνεται και πειραματικά το μοντέλο τους.



Σχήμα 2.17. Διάγραμμα σχετικής αντίστασης συναρτήσει της σχετικής παραμόρφωσης από πειραματικά αποτελέσματα και από προσομοιώσεις Monte Carlo για διαφορετικές περιεκτικότητες κατ' όγκο σε ίνες V_f [20].

Σε μακροσκοπικό επίπεδο έχουν βρει έναν μαθηματικό τύπο με τη βοήθεια του μοντέλου που το έχουν ονομάσει Global Load Sharing, που θα μπορούσαμε να το μεταφράσουμε ως μοντέλο καθολικού επιμερισμού του φορτίου, και με την παραδοχή ότι η αντοχή μίας ίνας ακολουθεί κατανομή Weibull. Ο τύπος αυτός [17, 18, 19], είναι:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{(1 + \alpha \varepsilon)}{\exp \left[- \left(\frac{\ell}{\ell_0} \right) \left(\frac{E_f \varepsilon}{\sigma_0} \right)^m \right]} - 1, \quad (2.5)$$

όπου ΔR είναι η μεταβολή της αντίστασης κατά τη διάρκεια του πειράματος και R_0 η αρχική αντίσταση του δείγματος, α είναι σταθερά αναλογίας, ε είναι η σχετική παραμόρφωση, ℓ_0 είναι το μήκος αναφοράς του δείγματος, ℓ είναι το μήκος του δείγματος που μετράται κάθε στιγμή κατά τη διάρκεια του πειράματος και E_f είναι το μέτρο δυσκαμψίας σε εφελκυσμό της ίνας, ενώ τα m και σ_0 είναι οι παράμετροι σχήματος και κλίμακας αντίστοιχα της κατανομής Weibull.

2.4. Μέτρηση Ωμικής Αντίστασης

2.4.1. Ηλεκτρικοί Αγωγοί με Ωμική Συμπεριφορά

Η ωμική αντίσταση δεν εξαρτάται ούτε από την τιμή της ηλεκτρικής τάσης που εφαρμόζεται στα άκρα της ούτε από την ένταση του ηλεκτρικού ρεύματος που την διαρρέει. Όταν μία αντίσταση είναι ωμική τότε ο λόγος της τάσης προς την ένταση του ρεύματος που τη διαρρέει είναι σταθερός, σύμφωνα με τον νόμο του Ohm, [23]:

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.6)$$

Ο τύπος (2.6) χρησιμοποιήθηκε εκτεταμένα στις μετρήσεις για να διαπιστωθεί αν τα δοκίμια είχαν ωμική συμπεριφορά. Συγκεκριμένα, για διαφορετικούς συνδυασμούς τάσης και έντασης παρατηρούσαμε ότι ο λόγος τους έμενε σταθερός.

Η αγωγιμότητα G είναι το αντίστροφο της αντίστασης και μετριέται σε Siemens (S) στο SI. Δηλαδή [23]:

$$G = \frac{1}{R} \quad (2.7)$$

οπότε και:

$$S = \frac{1}{\Omega} \quad (2.8)$$

2.4.2. Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης

Στην βιβλιογραφία συχνά εμφανίζεται σε παρόμοιες εργασίες η σχετική ή κλασματική ή κανονικοποιημένη ή ανηγμένη μεταβολή της ηλεκτρικής αντίστασης, δηλαδή η αδιάστατη ποσότητα

$$\delta R = \frac{\Delta R}{R_0} = \frac{R - R_0}{R_0} = \frac{R}{R_0} - \frac{R_0}{R_0} = \frac{R}{R_0} - 1, \quad (2.9)$$

όπου R_0 είναι η ηλεκτρική αντίσταση στην αρχή του πειράματος και R είναι η αντίσταση που μετριέται κάθε χρονική στιγμή κατά την εξέλιξη του πειράματος εφελκυσμού. Στις μετρήσεις για αυτή την εργασία έχουν γίνει παρόμοιοι υπολογισμοί. Δηλαδή οι τιμές της αντίστασης που μετρήθηκαν κανονικοποιήθηκαν ως προς την αρχική και στα διαγράμματα παρουσιάζεται ως ποσοστό επί τοις εκατό, δηλαδή

$$\delta R(\%) = \frac{\Delta R}{R_0} \times 100\% . \quad (2.10)$$

2.4.3. Μέτρηση Σχετικής Μεταβολής της Ωμικής Αντίστασης

Από τη σχέση (2.6) προκύπτει ότι αν μετρηθεί η ηλεκτρική τάση και η ένταση του ηλεκτρικού ρεύματος που διαρρέει έναν αγωγό, τότε με μία απλή διαίρεσή τους βρίσκεται η τιμή της ωμικής αντίστασης. Όσον αφορά την σχετική μεταβολή της, ισχύει:

$$\delta R = \frac{R - R_0}{R_0} = \frac{\frac{V - V_0}{I} - \frac{V_0}{I_0}}{\frac{V_0}{I_0}} . \quad (2.11)$$

Αν ο εξοπλισμός έχει τη δυνατότητα να κρατάει σταθερή την ένταση του ρεύματος που διαρρέει την αντίσταση, τότε η (2.11) δίνει:

$$\delta R = \frac{R - R_0}{R_0} = \frac{\frac{V - V_0}{I_0} - \frac{V_0}{I_0}}{\frac{V_0}{I_0}} = \frac{V - V_0}{V_0} = \frac{\Delta V}{V_0} = \delta V , \quad (2.12)$$

όπου η αδιάστατη ποσότητα δV είναι η σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής τάσης ή της διαφοράς δυναμικού:

$$\delta V = \frac{V - V_0}{V_0} . \quad (2.13)$$

Άρα

$$\delta R = \frac{V - V_0}{V_0} \quad (2.14)$$

ή

$$\delta R = \delta V . \quad (2.15)$$

Ομοίως, για τη σχετική μεταβολή της διαφοράς δυναμικού επί τοις εκατό είναι:

$$\delta V(\%) = \frac{V - V_0}{V_0} \times 100\% \quad (2.16)$$

Άρα από (2.10), (2.15) και (2.16) προκύπτει:

$$\delta R(\%) = \delta V(\%) \quad (2.17)$$

ή

$$\delta R(\%) = \frac{V - V_0}{V_0} \times 100\% . \quad (2.18)$$

Οπότε, για την εύρεση της σχετικής μεταβολής της αντίστασης αρκεί να γίνεται μέτρηση της σχετικής μεταβολής της διαφοράς δυναμικού στα άκρα της αντίστασης, με την προϋπόθεση ότι η ένταση του ρεύματος που τη διαρρέει θα είναι σταθερή, ακόμα και αν δεν είναι γνωστή. Οπότε μπορεί να τοποθετηθεί μία πηγή σταθερού ρεύματος στα άκρα του δοκιμίου και να τοποθετηθούν διάφορα βολτόμετρα σε διάφορες ζώνες του δοκιμίου προκειμένου να παίρνονται τιμές σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων από διάφορες ζώνες του δοκιμίου, σε κάθε χρονική στιγμή. Με αυτό τον τρόπο η ζητούμενη σχετική μεταβολή της αντίστασης θα προκύπτει από την σχέση (2.14) και η σχετική μεταβολή της αντίστασης, επί τοις εκατό, από τη σχέση (2.18).

Η τάση στα άκρα του δοκιμίου μπορεί να μετριέται από τα ίδια ηλεκτρόδια που χρησιμοποιούνται για να εφαρμόζουν το ρεύμα στο δοκίμιο, δηλαδή μέτρηση με δύο καλώδια (two wire ή two probe sensing). Σ' αυτή τη περίπτωση, όμως, εκτός από την επιθυμητή αντίσταση μετράμε και την αντίσταση των ηλεκτροδίων καθώς και των επαφών, καθώς δεν μετράμε την τάση στα άκρα του δοκιμίου, αλλά στην άλλη άκρη των ηλεκτροδίων, όπου παρεμβάλλονται σε σειρά αρκετές αντιστάσεις μέχρι το δοκίμιο, όπως η αντίσταση των καλωδίων και των επαφών τους με το δοκίμιο. Έτσι, τυχόν ελαττωματική επαφή ή όταν η αντίσταση του δοκιμίου είναι συγκρίσιμη με αυτή των επαφών και των καλωδίων, θα δώσει μεγάλες τιμές αντίστασης στον παρανομαστή, με αποτέλεσμα να έχουμε εσφαλμένες μετρήσεις.

Παράδειγμα, έστω R η αντίσταση του δοκιμίου, R_0 είναι η αρχική του αντίσταση και R_C είναι αυτή των καλωδίων και των επαφών, που είναι σε σειρά με αυτή του δοκιμίου. Τότε:

$$\delta R_{\text{μετρούμενο}} = \frac{R + R_C - (R_0 + R_C)}{R_0 + R_C} = \frac{R - R_0}{R_0 + R_C} \neq \frac{R - R_0}{R_0} = \delta R_{\text{πραγματικό}} \quad (2.19)$$

Το γράφημα μπορεί ποιοτικά να μοιάζει με το σωστό ως προς τη μονοτονία του, αλλά ποσοτικά οι τιμές του θα είναι διαφορετικές.

Αντίθετα, όταν έχουμε δύο ηλεκτρόδια για να εφαρμόζουν το ρεύμα στα άκρα του δοκιμίου και άλλα δύο για να μετράνε την τάση, τέσσερα καλώδια (four wire ή four probe sensing), τότε έχουμε αφαιρέσει όλες τις αντιστάσεις που υπάρχουν από την πηγή του ρεύματος μέχρι το δοκίμιο, είτε είναι τα ηλεκτρόδια είτε οι ηλεκτρικές επαφές των ηλεκτροδίων με αυτό. Αυτό συμβαίνει γιατί τα ηλεκτρόδια που μετράνε

την τάση είναι συνδεδεμένα στα άκρα του δοκιμίου, ή στις επιθυμητές περιοχές του, και μετράνε την τάση στα άκρα του, ή μεταξύ των σημείων ενδιαφέροντος. Βέβαια και το βολτόμετρο έχει ηλεκτρικές επαφές με το δοκίμιο και τα καλώδιά του έχουν αντίσταση. Όμως η εσωτερική αντίσταση του βολτομέτρου είναι τόσο μεγάλη που οι αντιστάσεις των ηλεκτροδίων και των επαφών του είναι αμελητέες. Επίσης η ένταση του ρεύματος που περνάει από μέσα του είναι τόσο μικρή που δημιουργεί ελάχιστη πτώση τάσης στις επαφές και στα καλώδιά του, η οποία είναι αμελητέα σε σύγκριση με τη πτώση τάσης του δοκιμίου που μετράει. Άρα η μέτρηση με τη χρήση τεσσάρων επαφών πλεονεκτεί σε σχέση με τη χρήση δύο και προτιμάται. Στις μετρήσεις για αυτή την εργασία, μόνον όπου ήταν αδύνατο ή δύσκολο να χρησιμοποιηθούν 4 επαφές πάνω στο δοκίμιο προτιμήθηκε η μέθοδος με τις 2 επαφές.

2.4.4. Συντελεστής Gauge Factor

Οι A.S. Kaddour, F. A. R. Al-Salehi, S. T. S. Al-Hassani και M. J. Hinton αναφέρονται στον όρο gauge factor [24] και τον συνδέουν με την μεταβολή της αγωγιμότητας ινώδους υλικού κατά τον εφελκυσμό του. Θα μπορούσαμε να τον αποδώσουμε σε ελεύθερη μετάφραση ως συντελεστής μέτρησης. Αυτός ισούται με:

$$GF = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\varepsilon} = \frac{\delta R}{\varepsilon} \quad (2.20)$$

Όπου ε είναι η σχετική επιμήκυνση κατά τον εφελκυσμό, R είναι η μετρούμενη αντίσταση και R_0 είναι η αρχική. Παρατηρούμε ότι ο συντελεστής GF στην ουσία ορίζει κατά πόσο μεγαλύτερη είναι η σχετική μεταβολή της αντίστασης από την σχετική επιμήκυνση σε πείραμα εφελκυσμού, γι' αυτό θα μπορούσαμε να τον ορίσουμε και ως συντελεστής μεγέθυνσης. Η σχέση (2.20) γίνεται

$$GF = \frac{R - R_0}{\varepsilon R_0} \Leftrightarrow R - R_0 = \varepsilon R_0 GF \Leftrightarrow R = \varepsilon R_0 GF + R_0 \quad (2.21)$$

Οπότε προκύπτει

$$R = R_0 (GF \varepsilon + 1) \quad (2.22)$$

Έστω R_f η αντίσταση μίας ίνας. Τότε αν δεχτούμε ότι η αγωγιμότητα προέρχεται από την παράλληλη σύνδεση n όμοιων τέτοιων ινών τότε η συνολική αρχική αντίσταση όλων των ινών θα είναι [24]:

$$R_0 = \frac{R_f}{n} \quad (2.23)$$

Σε ένα πείραμα εφελκυσμού, αν δεχτούμε ότι κατά τη διάρκειά του, οι ίνες έρχονται σε επαφή μόνο στα άκρα τους λόγω της μονωτικής μήτρας και όχι και σε κάποιο άλλο σημείο, όπως προβλέπουν άλλα μοντέλα (π.χ. [16-20]), δηλαδή η καταστροφή της μήτρας δεν είναι αρκετή ώστε να φέρει σε επαφή δύο γειτονικές ίνες σε κάποιο άλλο σημείο του μήκους τους, τότε όταν σπάσει μία ίνα, αυτή παύει να είναι φορέας αγωγιμότητας. Έτσι το n θα είναι ο αριθμός των ινών που δεν έχουν κοπεί. Άρα από τις σχέσεις (2.22) και (2.23) προκύπτει [24]:

$$R = \frac{R_f (1 + GF \varepsilon)}{n} \quad (2.24)$$

Όμως η σχετική επιμήκυνση των ανθρακονημάτων κατά τη θραύση τους συνήθως δεν είναι πάνω από 2 %, $max \varepsilon_{ult,CF} = 2\%$, και έχουν συντελεστή GF το πολύ μέχρι 2, αναλόγως τον τρόπο κατασκευής, $max GF_{CF} = 2$. Με αυτά τα δεδομένα, από τη σχέση (2.24) προκύπτει ότι η μέγιστη αντίσταση λόγω της επιμήκυνσης των ινών θα ήταν στη θραύση το πολύ μέχρι 4 % της αρχικής, αν δεν είχαμε σπάσιμο των ινών πριν τη θραύση αλλά ταυτόχρονη θραύση όλων μαζί, δηλαδή με n σταθερό κατά τη διάρκεια του πειράματος, [24, 25, 26]. Οπότε:

$$R_{max} = \frac{R_f (1 + GF \varepsilon_{ult})}{n} = \frac{R_f (1 + 2 \times 0.02)}{n} = \frac{1.04 R_f}{n} = 1.04 R_0 \quad (2.25)$$

Όμως η αντίσταση στη θραύση είναι πολύ μεγαλύτερη. Άρα στη σχέση (2.24) εκτός από την αύξηση του ε έχω και τη μείωση του n , δηλαδή των αριθμό ινών που δεν έχουν κοπεί. Άρα η αντίσταση του υλικού μειώνεται κυρίως λόγω του σπασίματος ινών παρά λόγω της επιμήκυνσής τους. Έτσι, μετρώντας την αντίσταση του υλικού προκύπτει μία καλή εικόνα της κατάστασής του, όσον αφορά την φθορά που έχει υποστεί.

2.5. Επισκόπηση της Σχετικής Βιβλιογραφίας

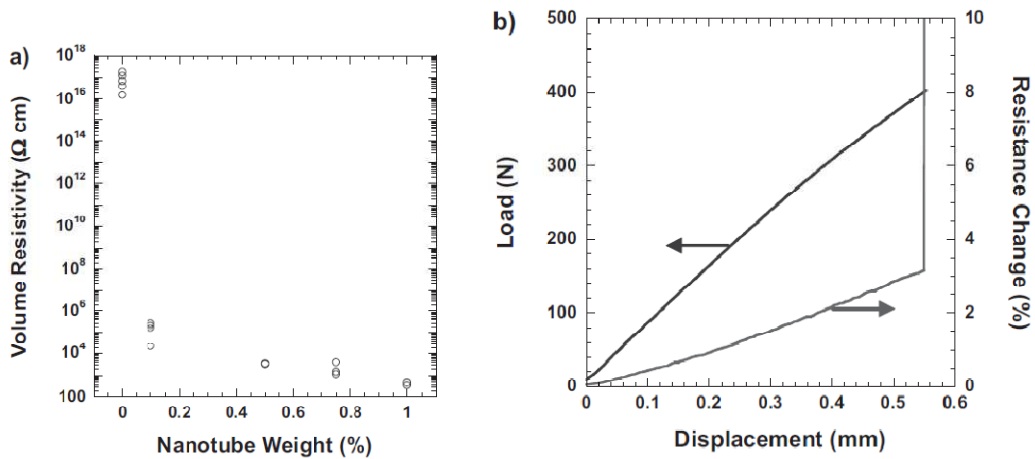
Στη διεθνή βιβλιογραφία υπάρχει μεγάλος αριθμός εργασιών που ασχολείται με το ζήτημα του μη καταστροφικού ελέγχου του βαθμού φθοράς ενός υλικού (Health Monitoring). Στις περισσότερες περιπτώσεις, μάλιστα, απώτερος στόχος της υπό ανάπτυξη μεθόδου είναι αυτός ο έλεγχος να μπορεί να γίνεται και επί τόπου (in situ) από τεχνικό ή τον τελικό χρήστη του προϊόντος, ακόμα και σε πραγματικό χρόνο. Δηλαδή, π.χ. στην αεροναυπηγική, θα μπορούσε ο τεχνικός κατά τη συντήρηση του αεροσκάφους να ελέγχει το βαθμό φθοράς ενός εξαρτήματος

μετρώντας την ηλεκτρική του αντίσταση και να το αντικαθιστά αν χρειάζεται. Ομοίως και ο πιλότος θα μπορούσε εν πτήση και με το κατάλληλο όργανο στον πίνακα οργάνων να προειδοποιείται για την επερχόμενη αστοχία κάποιου νευραλγικού εξαρτήματος πριν αυτή συμβεί και να προσγειωθεί εγκαίρως.

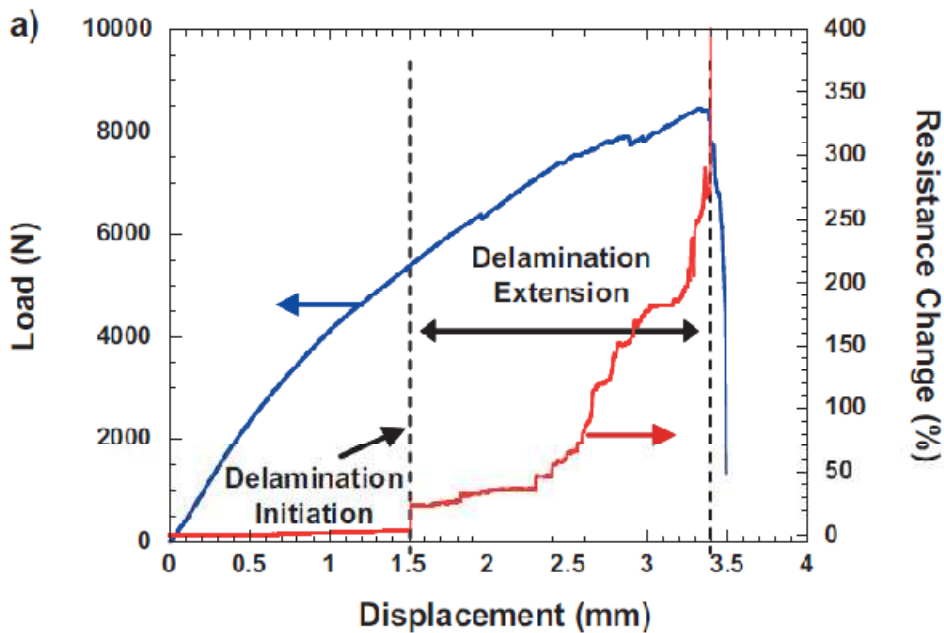
2.5.1. Πειράματα των Erik T. Thostenson και Tsu-Wei Chou

Οι Erik T. Thostenson και Tsu-Wei Chou στην εργασία τους Carbon Nanotube Networks: Sensing of Distributed Strain and Damage for Life Prediction and Self Healing [27], δημοσίευσαν αποτελέσματα από μετρήσεις σε εποξειδική μήτρα με ίνες γυαλιού και νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος, οι οποίοι προσδίδουν αγωγιμότητα στο υλικό μέσω του μηχανισμού της διαφυγής (percolation). Οι νανοσωλήνες είχαν κρατηθεί σε χαμηλές περιεκτικότητες, λίγο πάνω από το όριο διαφυγής, ώστε να μην επηρεάζουν σημαντικά την αντοχή, καθότι ο σκοπός της ύπαρξής τους ήταν να παρέχουν την απαιτούμενη αγωγιμότητα για τις ηλεκτρικές μετρήσεις. Έτσι, μηχανικά το υλικό συμπεριφερόταν σαν ινώδες, λόγω των ινών γυαλιού.

Έχοντας κολλήσει ηλεκτρόδια σε κατάλληλα σημεία του δείγματός τους, μετρούσαν την ηλεκτρική αντίσταση καθώς αυτό επιβαλλόταν σε διάφορων μορφών μηχανικές φορτίσεις. Στα σύνθετα υλικά που κατασκεύασαν, οι ίνες ήταν προσανατολισμένες προς μία κατεύθυνση και αποτελούνταν από 5 παράλληλα φύλλα, εκ των οποίων το μεσαίο ήταν σκόπιμα κομμένο στη μέση, έτσι ώστε η αστοχία του δείγματος να ξεκινήσει από εκεί κατά τον εφελκυσμό του. Η αστοχία του μεσαίου φύλλου προκαλούσε αστοχία και στα διπλανά, λόγω μετάδοσης διατμητικών τάσεων. Στα παρακάτω διαγράμματα φαίνεται το αποτέλεσμα της δοκιμής εφελκυσμού σε υλικό αναφοράς χωρίς τις ίνες, δηλαδή μόνο με νανοσωλήνες σε εποξειδική μήτρα, αλλά και στο δείγμα με τους νανοσωλήνες και τις ίνες γυαλιού.



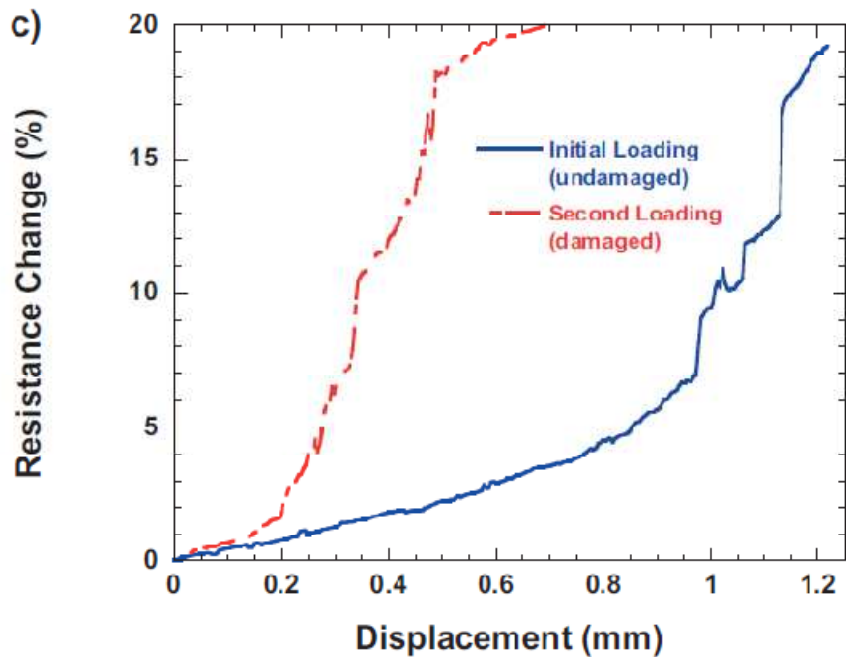
Σχήμα 2.18. (α) Ηλεκτρική συμπεριφορά σε σύνθετα υλικά με εποξειδική μήτρα με νανοσωλήνες άνθρακα σε διάφορες περιεκτικότητες. (β) Μεταβολή της αντίστασης για το ίδιο υλικό με περιεκτικότητα εγκλείσματος 0.5 wt% κατά τη διάρκεια εφελκυστικής φόρτισης [27].



Σχήμα 2.19. Διάγραμμα δύναμης και μεταβολής αντίστασης, συναρτήσει της επιμήκυνσης του δείγματος σε πείραμα εφελκυσμού για εποξειδική μήτρα με ίνες γυαλιού και νανοσωλήνες άνθρακα [27].

Αρχικά παρατήρησαν γραμμική αύξηση της αντίστασης, όπως συνέβη και στο δείγμα ελέγχου χωρίς τις ίνες γυαλιού. Όμως όταν ξεκίνησε η μετακίνηση των

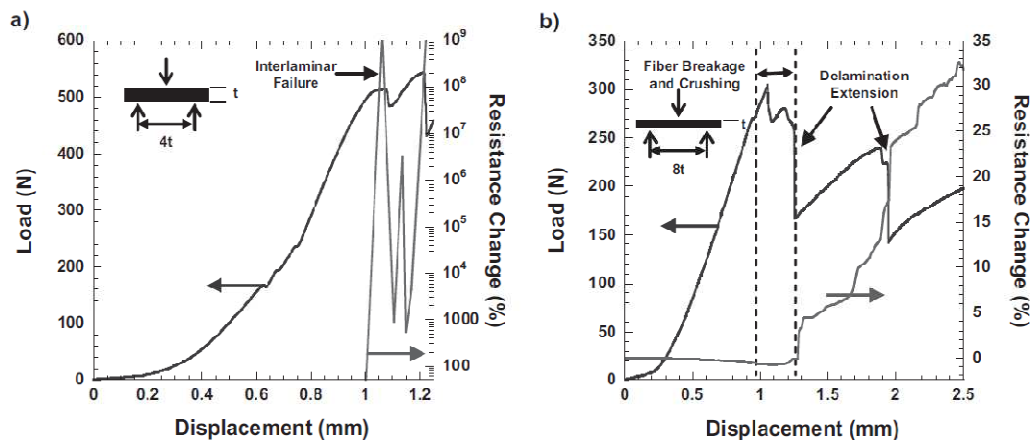
φύλλων μεταξύ τους, παρατηρούμε ότι υπάρχει ένα άλμα προς τα επάνω στην αντίσταση. Καθώς η μετακίνηση φύλλων συνεχίζεται, βλέπουμε ότι η αντίσταση αυξάνεται με ολοένα και αυξανόμενο ρυθμό. Στο παρακάτω διάγραμμα απεικονίζεται η αντίσταση κατά την επαναφόρτιση του υλικού που έχει υποστεί ζημιά.



Σχήμα 2.20. Καμπύλες αντίστασης συναρτήσεως της μετατόπισης για την αρχική φόρτιση και για την επαναφόρτιση του υλικού [27].

Παρατηρούμε στην δεύτερη φόρτιση πόσο πιο γρήγορα το υλικό αυξάνει την ηλεκτρική του αντίσταση σε σχέση με την αρχική φόρτιση.

Επιπλέον έκαναν και πειράματα κάμψης με φόρτιση τριών σημείων για εύρος τετραπλάσιο και οκταπλάσιο του πάχους του υλικού, όπως φαίνεται παρακάτω.

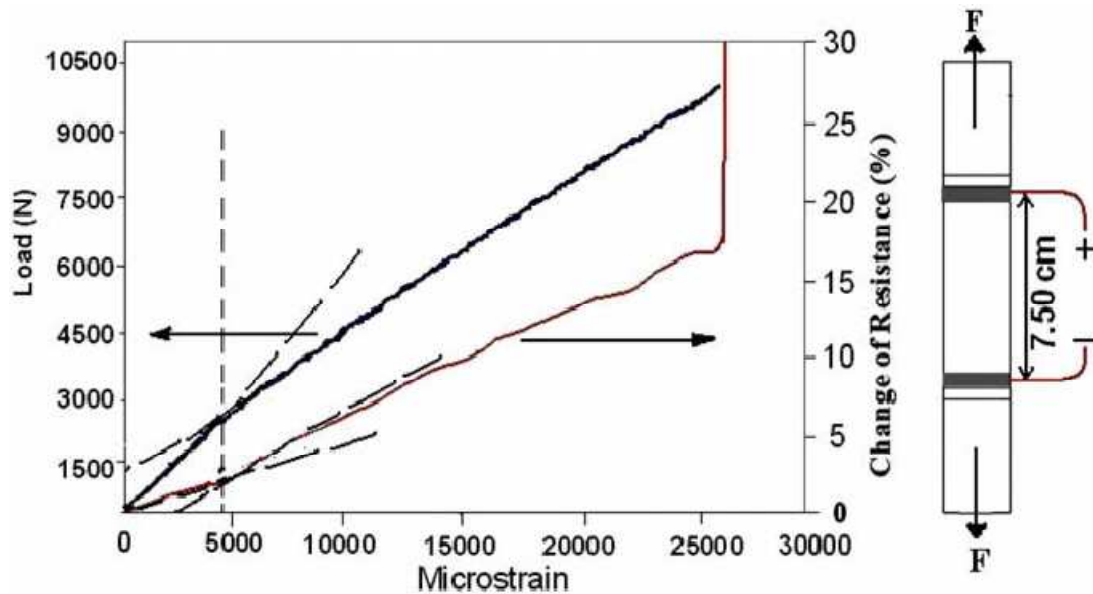


Σχήμα 2.21. Διαγράμματα φορτίου και μεταβολής αντίστασης συναρτήσει της μετατόπισης για πειράματα κάμψης για εύρος (a) 4πλάσιο και (b) 8πλάσιο του πάχους του δείγματος [27].

Όπως επισημαίνουν, η μέθοδος μπορεί να ανιχνεύσει τη ζημιά του υλικού καθώς παρατήρησαν απότομες μεταβολές στην αντίσταση όταν άρχισαν οι εσωτερικές αστοχίες στο υλικό.

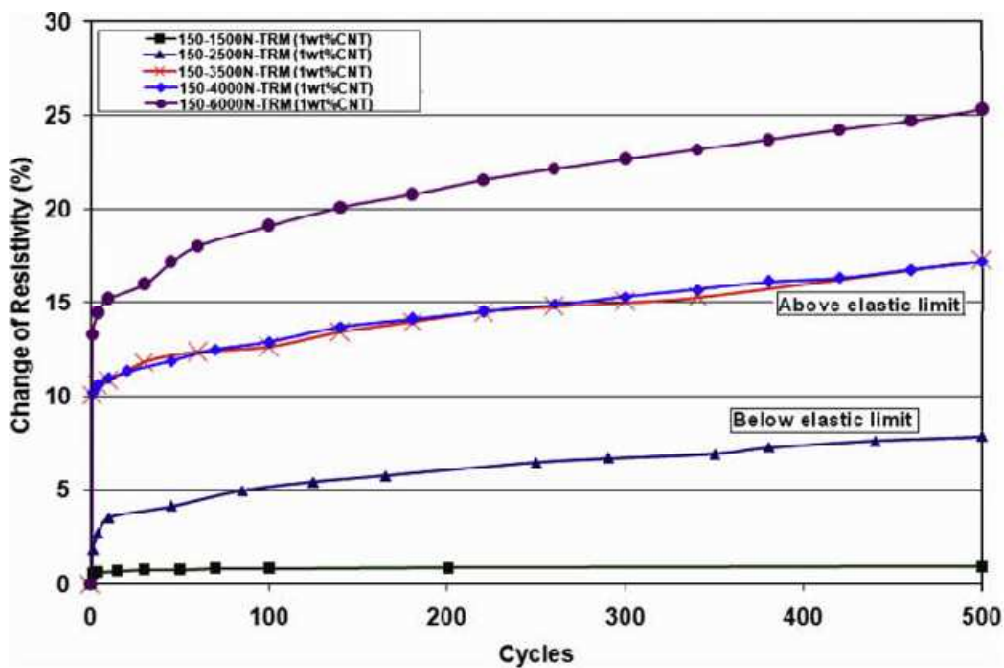
2.5.2. Πειράματα των M. Nofar, S.V. Hoa και M.D. Pugh

Οι M. Nofar, S.V. Hoa και M.D. Pugh, στην εργασία τους: Failure detection and monitoring in polymer matrix composites subjected to static and dynamic loads using carbon nanotube networks [28], δημοσίευσαν μετρήσεις σε παρόμοια πειράματα. Το υλικό ήταν εποξειδική μήτρα ενισχυμένη με ίνες γυαλιού σε ποσοστό 53 wt% για αύξηση της μηχανικής αντοχής και νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος σε ποσοστό 1 wt%, ως φορείς αγωγιμότητας για τις ηλεκτρικές μετρήσεις. Τα δοκίμια τα υπέβαλλαν σε εφελκυστικό φορτίο και μετρούσαν τη σχετική μεταβολή της αντίστασης. Τα αποτελέσματα φαίνονται στο παρακάτω διάγραμμα.



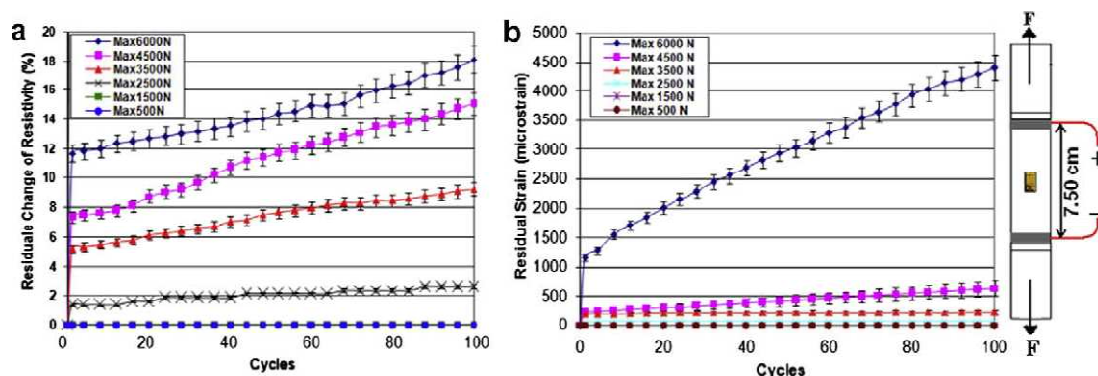
Σχήμα 2.22. Μεταβολή της αντίστασης σε πείραμα εφελκυσμού [28].

Παρατηρούμε ότι η μεταβολή στην κλίση της καμπύλης της αντίστασης συμβαίνει στο ίδιο σημείο που παρατηρείται μεταβολή και στη κλίση της καμπύλης του φορτίου. Στο παρακάτω διάγραμμα είναι τα αποτελέσματα από κυκλική φόρτιση.



Σχήμα 2.23. Μεταβολή της αντίστασης σε κυκλική φόρτιση για διάφορα μέγιστα φορτία [28].

Παρακάτω εικονίζονται οι εναπομένουσες παραμορφώσεις και αντιστάσεις για τους πρώτους 100 κύκλους για διάφορα επίπεδα μέγιστου φορτίου.

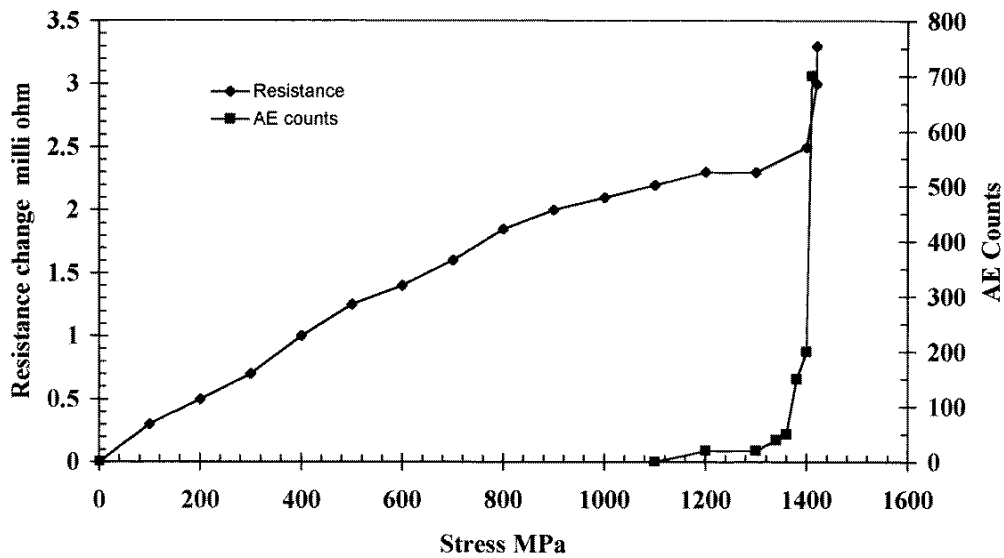


Σχήμα 2.24. Εναπομένουσα (α) ποσοστιαία μεταβολή της αντίστασης και (β) σχετική επιμήκυνση για διάφορα επίπεδα μέγιστου φορτίου για 100 κύκλους [28].

Επίσης πραγματοποίησαν μετρήσεις σε διάφορες ζώνες και κατέληξαν στο συμπέρασμα ότι, στη ζώνη που έγινε η αστοχία, η μεταβολή της αντίστασης είναι μεγαλύτερη από ότι στις άλλες ζώνες.

2.5.3. Μετρήσεις των P E Irving και C Thiagarajan

Οι P E Irving και C Thiagarajan δημοσίευσαν αποτελέσματα από παρόμοιες μετρήσεις που έχουν κάνει σε υλικά με ανθρακονήματα και μήτρες από διάφορες ρητίνες [29]. Εκτός των άλλων έχουν χρησιμοποιήσει και εξοπλισμό ακουστικών συχνοτήτων για την καταγραφή των ήχων κατά το σπάσιμο των ινών. Στο παρακάτω διάγραμμα απεικονίζεται αυτή η καταγραφή.



Σχήμα 2.25. Ακουστικές καταγραφές κατά τη διάρκεια πειράματος εφελκυσμού σε υλικό με ανθρακονήματα και μεταβολή της αντίστασης συναρτήσει της μηχανικής τάσης [29].

Παρατηρούμε ότι από τα 1100 MPa περίπου και μετά και καθώς πλησιάζει η θραύση, οι καταγραφές ήχων γίνονται ολοένα και περισσότερες, ενώ μέχρι εκείνο το σημείο δεν υπήρχαν καταγραφές ήχων. Κοντά στην θραύση ο αριθμός των καταγραφών αυξάνει κατακόρυφα, το ίδιο και η μεταβολή της αντίστασης.

Επίσης πραγματοποίησαν εφελκυσμό και ηλεκτρικές μετρήσεις κάθετα στο επίπεδο των ινών και βρήκαν την αντίσταση περίπου 1000 φορές μεγαλύτερη από ότι στο επίπεδο που είναι παράλληλο με τις ίνες, ενώ την αντοχή αρκετά μικρότερη.

Στον παρακάτω πίνακα παρατίθενται τα αποτελέσματά τους [29]:

Resin and sample orientation	Tensile strength (MPa)	Tensile modulus (GPa)	Strain at failure (%)
914 0°	1543	140	1.12
920 0°	1580	136	1.14
914 90°	54	9.0	0.62
920 90°	52	7.9	0.68
914 0°/90°	810	72	1.11

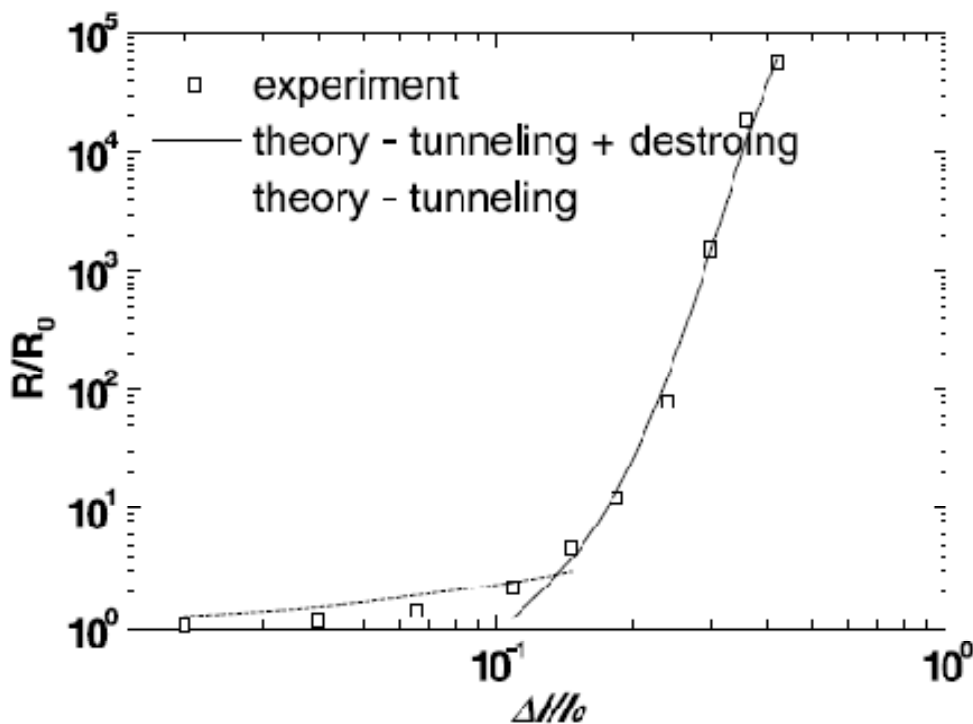
Resin and sample orientation	Original resistance (Ω)	Change in resistance (Ω)	Percentage change
914 0°	0.216	0.003–0.004	1.8
920 0°	0.265	0.003–0.004	1.5
914 90°	983	16	1.6
920 90°	200	6	3.0
914 0°/90°	0.518	0.005–0.01	1.0–2.0

Πίνακας 2.1. Αποτελέσματα ηλεκτρικών και μηχανικών μετρήσεων για εφελκυσμό δύο τύπων ρητινών, 914 και 920, ενισχυμένες με ανθρακονήματα και για διάφορες διευθύνσεις φορτίου και ηλεκτρικών μετρήσεων σχετικά με τον προσανατολισμό των ινών, παράλληλα, κάθετα και για εναλλαγή παράλληλων και καθέτων στρώσεων [29].

Παρατηρούμε μεγάλη αντοχή και μικρή αντίσταση όταν η φόρτιση και οι μετρήσεις αγωγιμότητας είναι παράλληλα με τον προσανατολισμό των ινών. Αντίθετα, όταν η φόρτιση και η μέτρηση αντίστασης είναι κάθετα με τις ίνες, τότε έχουμε πολύ μικρή αντοχή και πολύ μεγάλη αντίσταση. Αντιθέτως, όταν στο δοκίμιο εναλλάσσονται στρώσεις κάθετα μεταξύ τους, άρα έχουμε και παράλληλες στη φόρτιση και στη μέτρηση της αντίστασης αλλά και κάθετες ίνες, τότε τα αποτελέσματα είναι ενδιάμεσα για τις μηχανικές μετρήσεις, αλλά πιο κοντά στις μετρήσεις τις παράλληλες με τη φορά των ινών όσον αφορά την αντίσταση. Ωστόσο, το ποσοστό, επί τοις εκατό, της σχετικής μεταβολής της αντίστασης δεν έχει τόσο εντυπωσιακές διαφορές μεταξύ των περιπτώσεων.

2.5.4. Δημοσίευση των Maris Knite, Valdis Teteris, Aleksandra Kiploka και Jevgenijs Kaupuzs

Οι Maris Knite, Valdis Teteris, Aleksandra Kiploka και Jevgenijs Kaupuzs [30], κάνουν συγκρίσεις πειραματικών αποτελεσμάτων και θεωρητικών προβλέψεων όσον αφορά τη μεταβολή της αντίστασης σε νανοσύνθετα υλικά που βρίσκονται υπό εφελκυσμό ή θλίψη για χρήση ως αισθητήρες εφελκυστικής παραμόρφωσης ή αισθητήρες πίεσης. Θεωρούν ότι τα αγώγιμα νανοσωματίδια που βρίσκονται σαν έγκλεισμα στο υλικό γίνονται φορείς αγωγιμότητας μέσω φαινομένων σήραγγας. Καθώς το υλικό εφελκύεται, οι αποστάσεις μεταξύ των σωματιδίων μεγαλώνουν με αποτέλεσμα μικρότερη αγωγιμότητα. Όταν η μήτρα καταστρέφεται, τότε το μοντέλο τους προβλέπει την μείωση της αγωγιμότητας με μεγαλύτερο ρυθμό. Αυτό το μοντέλο έχει επιβεβαιωθεί και από το πείραμα, όπως φαίνεται παρακάτω [30].



Σχήμα 2.26. Πειραματικά αποτελέσματα και θεωρητική πρόβλεψη για το λόγο της αντίστασης ως προς την αρχική σε πείραμα εφελκυσμού νανοσύνθετου υλικού με έγκλεισμα αιθάλης (carbon black) [30].

Παρατηρούμε πάρα πολύ καλή σύμπτωση θεωρητικής πρόβλεψης και πειραματικών αποτελεσμάτων.

Το μοντέλο που χρησιμοποίησαν έχει ως εξής [30, 31]:

Έστω ότι τα αγώγιμα σωματίδια δημιουργούν μία αγώγιμη διαδρομή στην μονωτική μήτρα. Η συνολική αντίσταση του σύνθετου υλικού δίνεται από τη σχέση:

$$R = \frac{L}{N} \left(\frac{8\pi h s}{3\alpha^2 \gamma e^2} \right) \exp(\gamma s), \quad (2.26)$$

όπου L είναι ο αριθμός των σωματιδίων που σχηματίζουν μία αγώγιμη διαδρομή και N ο αριθμός των αγώγιμων διαδρομών, h είναι η σταθερά του Planck, s είναι η μικρότερη απόσταση μεταξύ δύο αγώγιμων σωματιδίων, α^2 είναι το εμβαδό της διατομής μέσω της οποίας λαμβάνει χώρα το φαινόμενο σήραγγας, e είναι το φορτίο του ηλεκτρονίου και το γ είναι:

$$\gamma = \frac{4\pi(2m\varphi)^{0.5}}{h}, \quad (2.27)$$

όπου m είναι η μάζα του ηλεκτρονίου και φ το φράγμα δυναμικού μεταξύ δύο γειτονικών σωματιδίων.

Όταν ασκηθεί μηχανική τάση στο υλικό, τότε η απόσταση μεταξύ δύο σωματιδίων αλλάζει. Έστω ότι από s_0 γίνεται s . Τότε ο λόγος $\frac{R}{R_0}$ της αντίστασης του σύνθετου υλικού θα δίνεται από τον τύπο:

$$\frac{R}{R_0} = \left(\frac{s}{s_0} \right) \exp[\gamma(s - s_0)], \quad (2.28)$$

όπου s_0 η αρχική απόσταση μεταξύ των δύο σωματιδίων και R_0 η αρχική αντίσταση του υλικού. Στην περίπτωση ελαστομερούς υλικού υπολόγισαν ότι το μήκος s είναι:

$$s = s_0(1 + \varepsilon) = s_0 \left(1 + \frac{\Delta \ell}{\ell_0} \right), \quad (2.29)$$

όπου ε είναι η σχετική παραμόρφωση του υλικού, $\Delta \ell$ η μεταβολή του μήκους του και ℓ_0 το αρχικό του μήκος. Με αντικατάσταση της σχέσης (2.29) στην (2.28) βρήκαν ότι:

$$\ln R = \ln R_0 + \ln \left[1 + \left(\frac{\Delta \ell}{\ell_0} \right) \right] + A_0 \left(\frac{\Delta \ell}{\ell_0} \right) = \ln R_0 + \ln(1 + \varepsilon) + A_0 \varepsilon \quad (2.30)$$

όπου

$$A_0 = \gamma s_0 \quad (2.31)$$

Αυτή η εξίσωση, (2.30), παριστάνεται στο διάγραμμα 2.26 με την καμπύλη με την μικρή κλίση. Καθώς όμως αρχίζει το υλικό να έχει ρωγμές, τότε μειώνεται και ο αριθμός των αγωγίμων διαδρομών, N , που αναφέρονται στην εξίσωση (2.26). Άρα πλέον το N υπολόγισαν ότι γίνεται:

$$N = \frac{N_0}{\exp(A\varepsilon + B\varepsilon^2 + C\varepsilon^3 + D\varepsilon^4)}, \quad (2.32)$$

όπου N_0 ο αρχικός αριθμός των αγωγίμων διαδρομών και A, B, C, D σταθερές τις οποίες και υπολόγισαν για το υλικό που εξετάζαν. Άρα η (2.30) γίνεται:

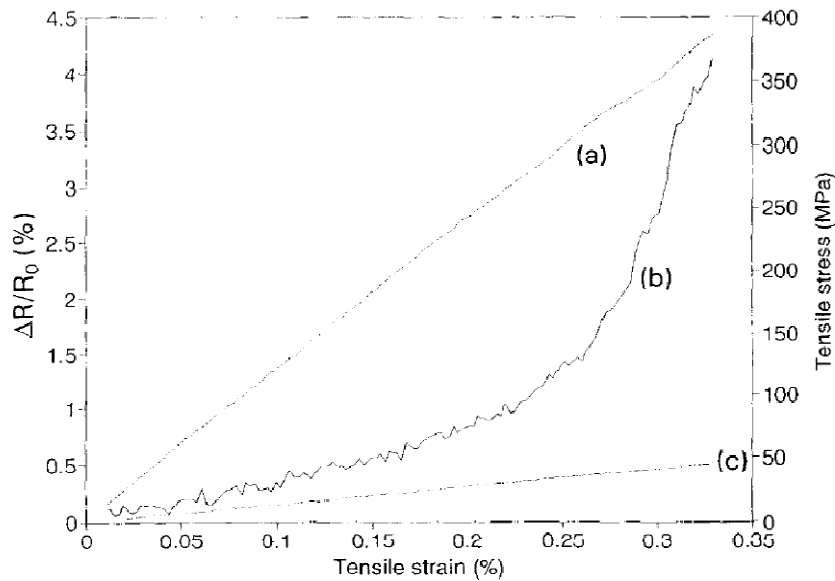
$$\ln R = \ln R_0 + \ln(1 + \varepsilon) + A\varepsilon + B\varepsilon^2 + C\varepsilon^3 + D\varepsilon^4 \quad (2.33)$$

Η (2.33) είναι η εξίσωση που περιγράφει την καμπύλη με την απότομη κλίση στο διάγραμμα 2.26, δηλαδή μετά από το σημείο που αρχίζει να καταστρέφεται το υλικό. Δηλαδή το μοντέλο τους [30-31] ταιριάζει με τα πειραματικά αποτελέσματα.

2.5.5. Δημοσίευση των S. WANG και D. D. L. CHUNG

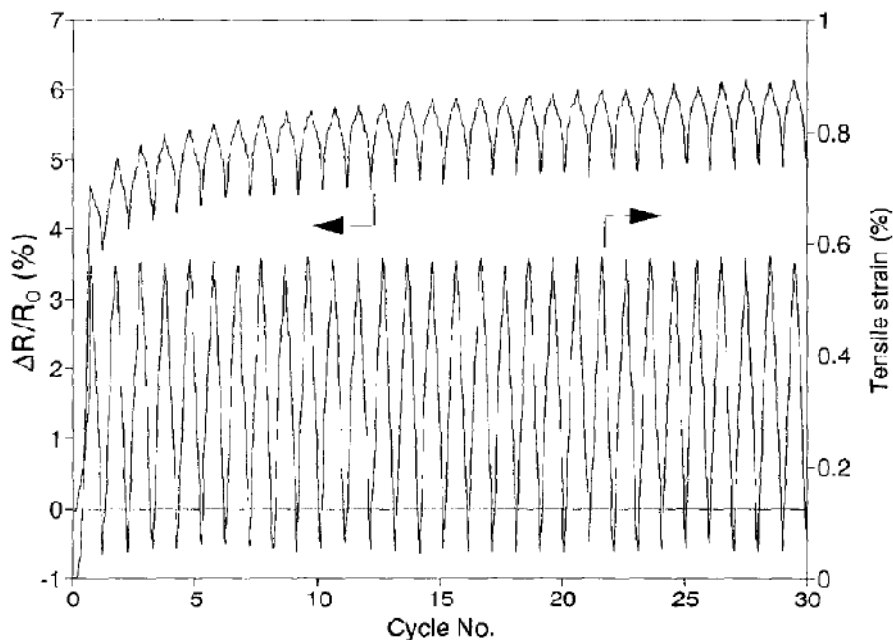
Οι S. WANG και D. D. L. CHUNG στην εργασία τους: SELF-MONITORING OF STRAIN AND DAMAGE BY A CARBON-CARBON COMPOSITE [32], δημοσιεύουν αποτελέσματα από παρόμοια πειράματα. Η μήτρα ήταν από άνθρακα και ήταν ενισχυμένη με ανθρακονήματα. Η μήτρα από άνθρακα είναι πολύ πιο εύθραπτη από μία πολυμερική μήτρα και η παραμικρή παραμόρφωση μπορεί να οδηγήσει σε μικρορωγμές. Όμως έχει μεγαλύτερη αντοχή στη θερμοκρασία [32].

Σύμφωνα με τα αποτελέσματα των μετρήσεών τους, η μέτρηση της αντίστασης του υλικού μπορεί να δώσει πληροφορίες για το αν το υλικό έχει υποστεί μη αναστρέψιμη βλάβη. Στο παρακάτω διάγραμμα φαίνονται τα αποτελέσματα από πειράματα εφελκυσμού και κύκλους φόρτισης αποφόρτισης σε εφελκυσμό, κόπωση, για το συγκεκριμένο υλικό [32].



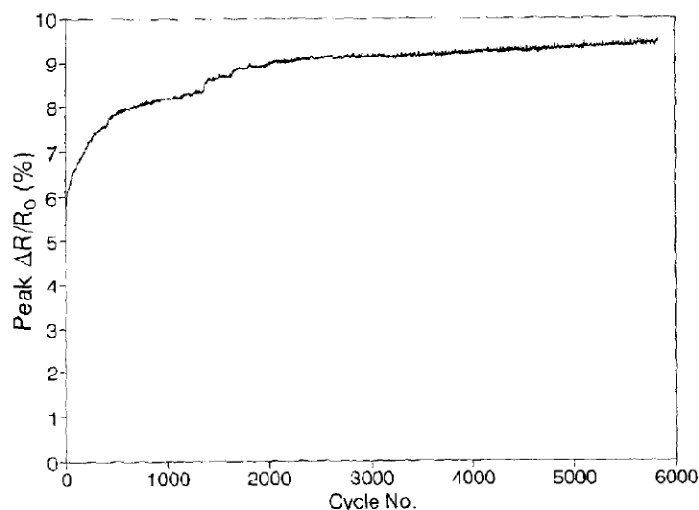
Σχήμα 2.27. (a) Διάγραμμα μηχανικής τάσης, (b) σχετικής μεταβολής της αντίστασης και (c) της εκτιμώμενης, βάση υπολογισμών, σχετικής μεταβολής της αντίστασης που οφείλεται μόνο στην επιμήκυνση του δοκιμίου, χωρίς την φθορά, συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για δοκίμιο άνθρακα με ανθρακονήματα [32].

Παρακάτω ακολουθεί το διάγραμμα που αφορά την κυκλική φόρτιση.



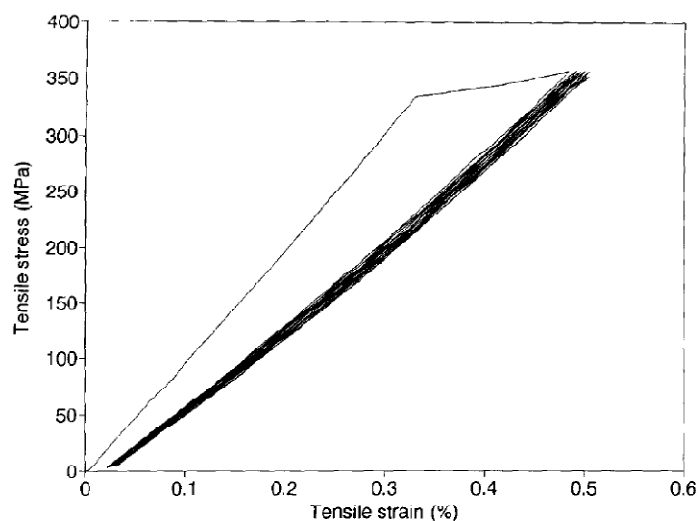
Σχήμα 2.28. Διάγραμμα σχετικής επιμήκυνσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει του αριθμού των κύκλων, για μέγιστη μηχανική τάση σε κάθε κύκλο ίση με το 94 % της αντοχής [32].

Παρατηρούμε από τον πρώτο κύκλο μία μη αναστρέψιμη μεταβολή της αντίστασης. Καθώς εξελίσσονται οι κύκλοι βλέπουμε μία περεταίρω άνοδο της αντίστασης, η οποία τείνει να σταθεροποιηθεί, όπως φαίνεται και στο διάγραμμα που ακολουθεί.



Σχήμα 2.29. Κορυφή της σχετικής μεταβολής της αντίστασης σε κάθε κύκλο [32].

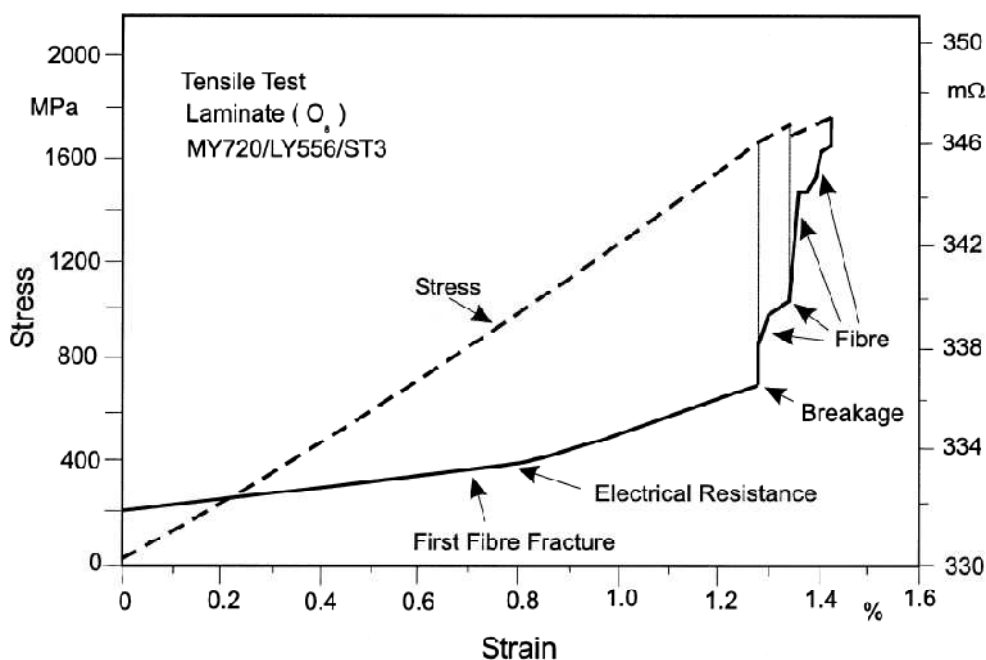
Παρακάτω ακολουθεί και το διάγραμμα τάσης παραμόρφωσης για τους δέκα πρώτους κύκλους.



Σχήμα 2.30. Διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης για τους πρώτους 10 κύκλους με την μέγιστη τάση σε κάθε κύκλο να είναι ίση με 93 % της αντοχής του υλικού [32].

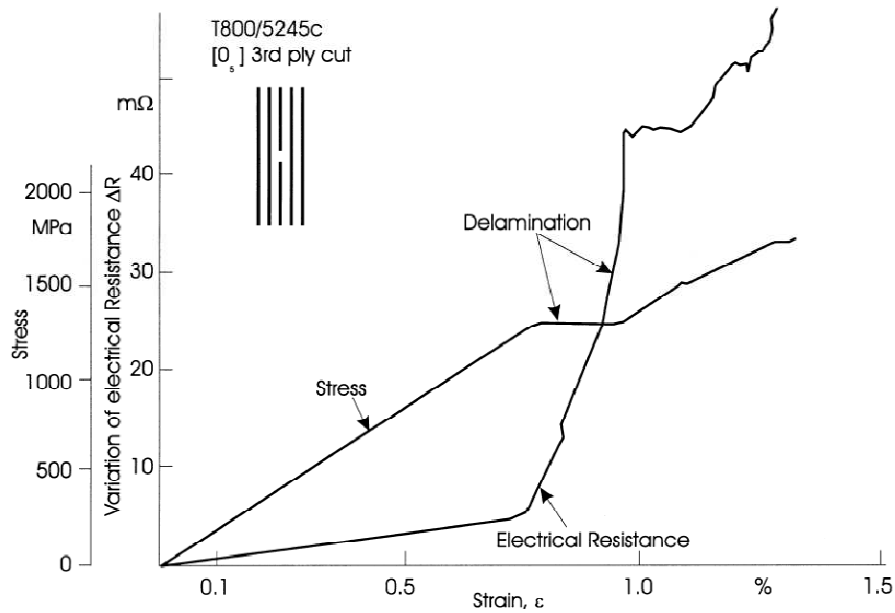
2.5.6 Δημοσίευση των K. Schulte, M. Kupke, R. Schüler

Οι K. Schulte, M. Kupke, R. Schüler στην εργασία τους με τίτλο: Non-Destructive Testing of FRP by D.C. and A.C. Electrical Methods [33], δημοσίευσαν, μεταξύ άλλων, και αποτελέσματα από παρόμοιες μετρήσεις. Συγκεκριμένα, σε πειράματα εφελκυσμού δοκιμίων ενισχυμένων με ανθρακονήματα με παράλληλη μέτρηση ηλεκτρικής αγωγιμότητας παράλληλα στις ίνες προέκυψε το παρακάτω διάγραμμα.



Σχήμα 2.31. Διάγραμμα τάσης και ηλεκτρικής αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης του δοκιμίου [33].

Βλέπουμε τη μεταβολή του διαγράμματος της αντίστασης καθώς σπάνε ίνες άνθρακα. Το παρακάτω διάγραμμα είναι από μέτρηση που είχαν τοποθετηθεί 5 φύλλα από το ίδιο υλικό ενισχυμένο με ανθρακονήματα παράλληλα μεταξύ τους και στο μεσαίο είχε δημιουργηθεί ρωγμή έτσι ώστε να εξασφαλιστεί ότι η αστοχία θα αρχίσει από εκεί.



Σχήμα 2.32. Διάγραμμα τάσης και μεταβολής της αντίστασης ως προς τη σχετική επιμήκυνση του δοκιμίου [33].

Παρατηρούμε απότομη αύξηση της αντίστασης τη στιγμή που αρχίζουν να μετακινούνται τα γειτονικά φύλλα μεταξύ τους.

2.6. Διευκρίνιση

Εδώ πρέπει να διευκρινιστεί ότι σε κάποιες περιπτώσεις αναφέρεται ο λόγος $\frac{\Delta R}{R_0}$ και σε κάποιες άλλες ο $\frac{R}{R_0}$. Όμως πρακτικά αποτελεί παρόμοια προσέγγιση, καθότι η σχέση (2.9) δίνει:

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{R}{R_0} - 1 \quad (2.34)$$

και

$$\frac{R}{R_0} = \frac{\Delta R}{R_0} + 1. \quad (2.35)$$

Δηλαδή τα διαγράμματα των ποσοτήτων αυτών είναι παρόμοια και αριθμητικά διαφέρουν κατά 1. Οπότε, αν ξέρω το διάγραμμα για τη μία ποσότητα, τότε με παράλληλη μετατόπισή του κατά 1, προκύπτει το διάγραμμα της άλλης ποσότητας.

Με ανάλογους υπολογισμούς προκύπτει, ότι όταν τα διαγράμματα είναι ποσοστά επί τοις εκατό, τότε:

$$\frac{\Delta R}{R_0} \times 100 = \frac{R}{R_0} \times 100 - 100 \Leftrightarrow \frac{\Delta R}{R_0} (\%) = \frac{R}{R_0} (\%) - 100 \quad (2.36)$$

και

$$\frac{R}{R_0} \times 100 = \frac{\Delta R}{R_0} \times 100 + 100 \Leftrightarrow \frac{R}{R_0} (\%) = \frac{\Delta R}{R_0} (\%) + 100 \quad (2.37)$$

Δηλαδή, εδώ η διαφορά, άρα και η παράλληλη μετατόπιση των διαγραμμάτων, είναι 100.

Κεφάλαιο 3

Πειραματικές Μετρήσεις

Στα πλαίσια της εργασίας αυτής μετρήθηκαν δύο ομάδες δοκιμίων. Η πρώτη ομάδα αποτελούταν από δοκίμια με πολυμερική μήτρα από πολυπροπυλένιο (PP) με έγκλεισμα από νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος (MWCNT) και η δεύτερη από δοκίμια από πολυαιθερ-αιθερ-κετόνη (PEEK) ενισχυμένη με ανθρακονήματα (CF). Στα ινώδη δοκίμια, λόγω της ανισοτροπίας, έγιναν μετρήσεις αντίστασης τόσο κατά μήκος των ινών (longitudinal) όσο και κάθετα στη διεύθυνση των ινών (through thickness), δηλαδή δια μέσου του πάχους του δοκιμίου. Γι' αυτό χωρίστηκαν σε δύο υποομάδες όσον αφορά την προετοιμασία τους. Στην πρώτη υποομάδα οι επαφές χρυσού που δημιουργήθηκαν ήταν σχήματος ορθογωνίου, ενώ στη δεύτερη υποομάδα ήταν κυκλικού σχήματος. Αυτά όμως αναλύονται εκτενέστερα σε επόμενες παραγράφους. Επίσης έγιναν και αρκετές δοκιμές για να αποφασιστούν κάποιες λεπτομέρειες που αφορούσαν την διαδικασία προετοιμασίας και μέτρησης των δοκιμίων, όπως, για παράδειγμα, ποιος είναι ο καλύτερος τρόπος κόλλησης των καλωδίων στο δοκίμιο και με ποια κόλλα, τρόπος τοποθέτησης κ.λ.π.

3.1. Εξοπλισμός που Χρησιμοποιήθηκε

Για τον εφελκυσμό των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε μία μηχανή εφελκυσμού Instron 1121 με μέγιστη ικανότητα επιβολής φορτίου 10 kN, ενώ η μέτρηση της σχετικής παραμόρφωσης γινόταν από ένα οπτικό μηκυνσιόμετρο K-100 Fiedler Ortoelektronik, που μετρούσε με τη βοήθεια λέιζερ. Στις περιοχές των δοκιμίων που είχαν κολληθεί τα ηλεκτρόδια είχε γίνει εναπόθεση χρυσού με τη συσκευή εναπόθεσης μάρκας EMS (Electron Microscopy Sciences).

Για τις ηλεκτρικές μετρήσεις χρησιμοποιήθηκαν τα Keithley 2400, Keithley 6220, Keithley 2182A και Keithley 6517B. Το Keithley 2400 είναι πηγή και μετρητικό, δηλαδή έχει τη δυνατότητα να εφαρμόζει σταθερή ηλεκτρική τάση ή σταθερή ένταση ηλεκτρικού ρεύματος και ταυτόχρονα να μετράει είτε ένταση, είτε τάση, είτε να δίνει κατευθείαν την ωμική αντίσταση. Το Keithley 6220 είναι πηγή συνεχούς

ρεύματος, δηλαδή έχει την δυνατότητα να εφαρμόζει σταθερό ρεύμα σε ένα κύκλωμα, το 2182A είναι βολτόμετρο συνεχούς τάσης και το 6517B είναι ηλεκτρόμετρο. Όλες οι μετρήσεις καταγράφονται με τη βοήθεια ηλεκτρονικών υπολογιστών σε ηλεκτρονικά αρχεία για τη μετέπειτα επεξεργασία τους.

Τέλος, χρησιμοποιήθηκε και ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, SEM, μάρκας FEI NOVA NanoSEM 230.

3.1.1. Συσκευή Εφελκυσμού-Θλίψης Instron 1121

Η Instron 1121 μπορεί να επιβάλλει είτε εφελκυστική είτε θλιπτική αξονική δύναμη έως 10 kN. Μπορεί να προγραμματιστεί ώστε να κάνει κυκλική φόρτιση μεταξύ των επιθυμητών ορίων μετατόπισης. Έχει τη δυνατότητα να επικοινωνεί με ηλεκτρονικό υπολογιστή προκειμένου να γίνεται ηλεκτρονικά η καταγραφή των τιμών που μετρούνται. Εδώ πρέπει να αναφερθεί ότι στα μικρά εφελκυστικά φορτία παρουσιάζει θόρυβο, αλλά όμως δεν είναι υψηλός ώστε να δημιουργεί προβλήματα. Σε μεγαλύτερα καθώς και στα θλιπτικά φορτία ο θόρυβος είναι μικρός.

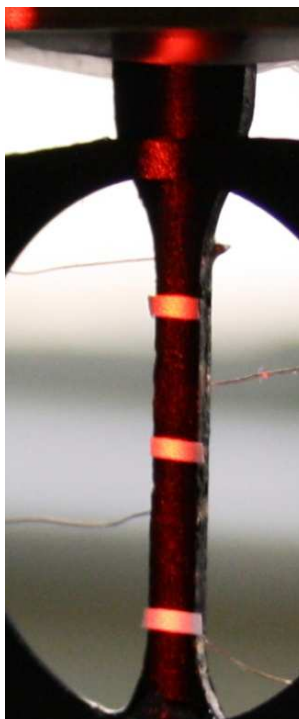
3.1.2. Οπτικό Μηκυσιόμετρο Fiedler Optoelektronik K-100

Το K-100 έχει τη δυνατότητα να μετράει την επιμήκυνση του δοκιμίου με ακρίβεια μερικών μικρών. Μία δέσμη κόκκινου λέιζερ σαρώνει το δοκίμιο κατά μήκος πολλές φορές το δευτερόλεπτο και ανιχνεύοντας την ανακλώμενη ακτινοβολία μετράει την επιμήκυνση. Για το σκοπό αυτό πάνω στο δοκίμιο επικολλούνται λευκές ρίγες από λευκό χαρτί υψηλής λευκότητας και ανακλαστικότητας, ικανό να παραμορφώνεται πολύ με ελάχιστη τάση ώστε να παρακολουθεί την παραμόρφωση του δοκιμίου και να μην επηρεάζει την μέτρηση. Εναλλακτικά μπορούν να χρησιμοποιηθούν κατάλληλες λευκές βαφές. Τα δοκίμια που χρησιμοποιήθηκαν ήταν μαύρα και μικρής ανακλαστικότητας, αλλά όπου κρινόταν ότι μπορεί να υπάρχει πρόβλημα, π.χ. λόγω των ηλεκτροδίων ή της κόλλας τους, τότε βαφόταν με μαύρο σπρέι μη αγώγιμο στο ρεύμα πριν κολληθούν σ' αυτό οι ρίγες.

Κατά την σάρωση του δοκιμίου, με την ανίχνευση της ανακλώμενης δέσμης, το μηκυσιόμετρο υπολογίζει την απόσταση μεταξύ δύο γειτονικών ριγών. Έτσι παίρνει μία αρχική τιμή του μήκους της περιοχής μεταξύ δύο ριγών στην εκκίνηση των μετρήσεων και τη θεωρεί σαν αρχικό μήκος ή μήκος αναφοράς. Καθώς εξελίσσεται το πείραμα, μετράει την επιμήκυνση της περιοχής αυτής μετρώντας την αύξηση της απόστασης μεταξύ των ριγών. Έτσι υπολογίζεται και καταγράφεται, με τη βοήθεια

κατάλληλου συνοδευτικού λογισμικού, κάθε στιγμή η σχετική επιμήκυνση. Ομοίως και όταν η απόσταση μειώνεται αντί να μεγαλώνει, π.χ. θλίψη. Μπορούν να καταγράφονται πολλές περιοχές πάνω στο δοκίμιο ταυτόχρονα. Έτσι αν χρησιμοποιηθούν τρεις ρίγες, τότε το δοκίμιο χωρίζεται σε δύο περιοχές, για 4 ρίγες σε 3 περιοχές κ.ο.κ. Επιπλέον, παρέχεται η δυνατότητα να μετριέται και η παραμόρφωση κατά το πλάτος του δοκιμίου, δηλαδή κάθετα στον άξονα φόρτισης. Στα πειράματα που έγιναν μετρήθηκε μόνο η κατά μήκος παραμόρφωση, δηλαδή παράλληλα με τον άξονα φόρτισης, γιατί αυτή ενδιέφερε.

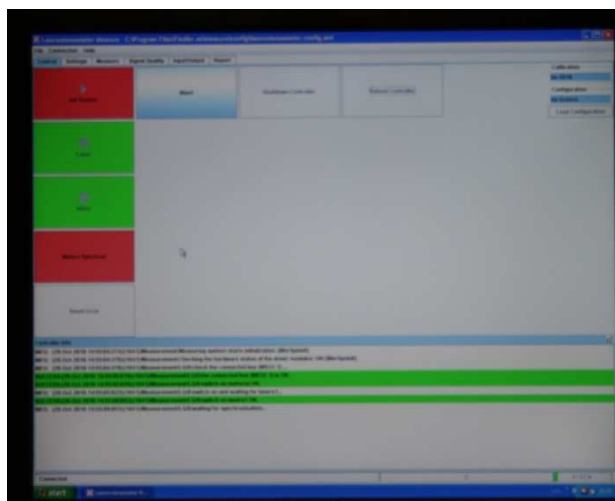
Η καταγραφή των μετρήσεων, οι απαιτούμενοι υπολογισμοί καθώς και ο χειρισμός του γίνεται από ηλεκτρονικό υπολογιστή με το κατάλληλο λογισμικό που το συνοδεύει. Το λογισμικό αυτό έχει τη δυνατότητα να συνεργάζεται και με την Instron για να καταγράφει την τιμή του φορτίου σε διάφορες χρονικές στιγμές. Στο λογισμικό αυτό εισάγονται από το χρήστη οι διαστάσεις της διατομής του δοκιμίου, πλάτος και πάχος, οπότε μπορεί να υπολογίζεται και να καταγράφεται η τάση του δοκιμίου για διάφορες χρονικές στιγμές. Έτσι, για κάθε χρονική στιγμή καταγράφεται σε ηλεκτρονικό αρχείο η χρονική στιγμή, η τάση, η σχετική επιμήκυνση για κάθε περιοχή, δηλαδή μεταξύ δύο γειτονικών ριγών, και η συνολική σχετική επιμήκυνση του δοκιμίου, δηλαδή μεταξύ των δύο ακραίων ριγών. Μπορούν λοιπόν να εξαχθούν διαγράμματα τάσης-σχετικής επιμήκυνσης, τάσης-χρόνου, σχετικής επιμήκυνσης-χρόνου κ.λ.π.



Εικόνα 3.1. Η δέσμη λέιζερ του μηκυσιομέτρου που αντανακλάται από τις λευκές ρίγες που έχουν επικολληθεί πάνω στο δοκίμιο.



Εικόνα 3.2. Η Instron 1121 που χρησιμοποιήθηκε για τον εφελκυσμό των δοκιμίων και το οπτικό μηκυνσιόμετρο K-100 Fiedler Optoelektronik (μπλε συσκευή). Στις δαγκάνες της Instron διακρίνεται ένα δοκίμιο, πάνω στο οποίο πέφτει το κόκκινο λέιζερ του μηκυνσιόμετρου.



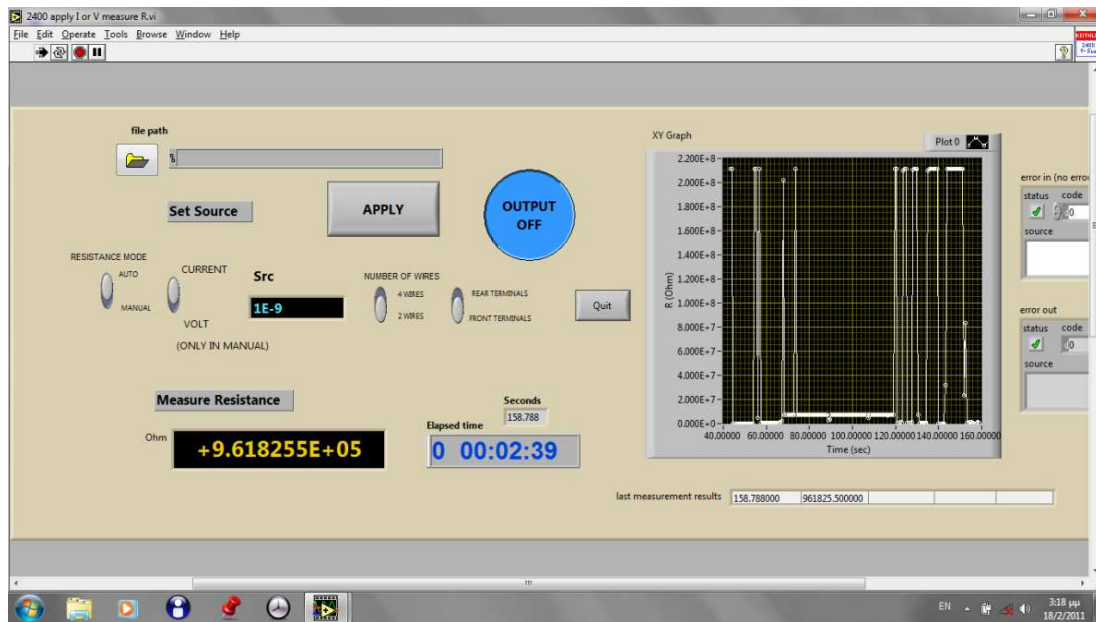
Εικόνα 3.3. Το περιβάλλον εργασίας του λογισμικού του μηκυνσιόμετρου. Η εικόνα αυτή δεν είναι από μέτρηση, αλλά κατά τη διάρκεια προκαταρκτικών ελέγχων που διενεργεί στον εξοπλισμό.

3.1.3. Μετρητικό-Πηγή Keithley 2400

Το Keithley 2400 είναι πηγή ρεύματος και μετρητικό. Εφαρμόζει σταθερό ρεύμα, που καθορίζεται από τον χρήστη, μέχρι 1 A με μεγάλη ακρίβεια και ταυτόχρονα μετράει είτε ένταση του ρεύματος είτε τάση. Ομοίως, εφαρμόζει σταθερή ηλεκτρική τάση, που καθορίζεται από το χρήστη, μέχρι 20 V με μεγάλη ακρίβεια και μετράει είτε την τάση είτε την ένταση του ρεύματος. Έτσι, με μία απλή διαίρεση της τιμής της τάσης με αυτή του ρεύματος μπορούμε να έχουμε την τιμή της αντίστασης, σύμφωνα με τον τύπο (2.6). Όταν δουλεύει σαν πηγή ρεύματος, η μέγιστη τάση που μπορεί να εφαρμόσει για να έχουμε την επιθυμητή ένταση είναι 20 V. Συνεπώς για πολύ μεγάλες αντιστάσεις μπορεί η μέγιστη τιμή του ρεύματος που μπορεί να εφαρμόσει να είναι μικρότερη από 1 A, καθώς και για περιπτώσεις ανοιχτού κυκλώματος όπου προφανώς η ένταση θα είναι 0. Αντίστοιχα, όταν δουλεύει σαν πηγή τάσης, η ένταση του ρεύματος που προκύπτει δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1 A. Οπότε, για πάρα πολύ μικρές αντιστάσεις μπορεί η μέγιστη τιμή της ηλεκτρικής τάσης που μπορεί να εφαρμόσει να είναι μικρότερη από 20 V.

Επιπλέον μπορεί να μετράει κατευθείαν την τιμή της ωμικής αντίστασης. Δηλαδή, ο χρήστης του ζητάει να εφαρμόσει συγκεκριμένη και σταθερή τάση ή ένταση ηλεκτρικού ρεύματος, και αυτό κάνει την ανάλογη μέτρηση, έντασης ή τάσης αντίστοιχα, κάνει τους απαιτούμενους υπολογισμούς και δίνει την τιμή της ωμικής αντίστασης. Σ' αυτή την περίπτωση ο χρήστης μπορεί να του ζητήσει να μετράει αυτοματοποιημένα. Δηλαδή επιλέγει το ίδιο το μηχάνημα από μόνο του ποια είναι η κατάλληλη τιμή της έντασης που θα εφαρμόσει για να έχει το ελάχιστο δυνατό σφάλμα και αναγράφει στην οθόνη του την τιμή που επέλεξε και την μετρούμενη αντίσταση. Σ' αυτή την περίπτωση η πηγή μπορεί να εφαρμόσει μόνο ένταση και όχι τάση. Συνήθως, όταν μετράει μεγάλες αντιστάσεις, επιλέγει μικρά ρεύματα και όταν μετράει μικρές αντιστάσεις, επιλέγει μεγάλα ρεύματα. Όταν μετράει ωμική αντίσταση, η αρχή λειτουργίας του δεν είναι να ισορροπήσει κάποια γέφυρα, αλλά λειτουργεί σαν συνδυασμός Βολτομέτρου και Αμπερομέτρου. Έχει τη δυνατότητα να μετράει είτε με τη χρήση δύο ηλεκτροδίων (two wire sensing mode) είτε με τη χρήση τεσσάρων (four wire sensing mode), όπου τα δύο είναι για την πηγή, να βάζει το ρεύμα ή την τάση, και τα άλλα δύο για τη μέτρηση, του ρεύματος ή της τάσης. Έτσι με τη χρήση τεσσάρων ηλεκτροδίων αυξάνεται η ακρίβεια των μετρήσεων, κυρίως όταν η ωμική αντίσταση του δοκιμίου που μετριέται είναι πολύ μικρή και συγκρίσιμη με εκείνη των ηλεκτροδίων και των επαφών.

Επίσης, έχει τη δυνατότητα να συνδεθεί με ηλεκτρονικό υπολογιστή για τον χειρισμό του και την καταγραφή των δεδομένων σε ηλεκτρονική μορφή. Γι' αυτό το σκοπό μπορεί να συνεργαστεί με το πρόγραμμα LabView. Παρακάτω ακολουθεί μία εικόνα του προγράμματος αυτού.



Εικόνα 3.4. Το περιβάλλον του Labview κατά τη μέτρηση ωμικής αντίστασης. Παρατηρούμε ενδείξεις Ohm, χρόνου και το αντίστοιχο γράφημα.

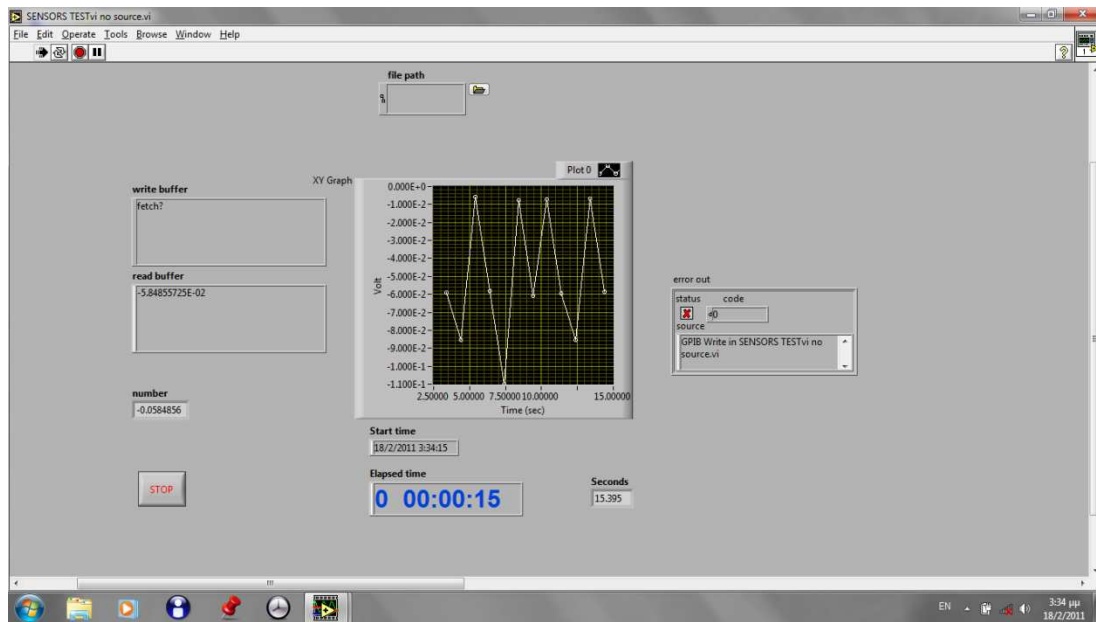
Βλέπουμε ότι μπορούμε να ελέγξουμε τη συσκευή από το λογισμικό, καθώς και να πάρουμε τιμές μετρούμενου μεγέθους συναρτήσει του χρόνου οι οποίες καταγράφονται σε ηλεκτρονικό αρχείο.

3.1.4. Πηγή Ρεύματος Keithley 6220

Το Keithley 6220 είναι πηγή συνεχούς ρεύματος. Έχει την δυνατότητα να εφαρμόζει σταθερό ρεύμα σε ένα κύκλωμα μέχρι την τιμή των 100 mA. Και αυτό έχει τη δυνατότητα να συνεργαστεί με ηλεκτρονικό υπολογιστή και το LabView για το χειρισμό του.

3.1.5. Βολτόμετρο Keithley 2182A

Το Keithley 2182A είναι βολτόμετρο. Έχει την δυνατότητα να μετράει συνεχή τάση σε δύο κανάλια με μεγάλη ακρίβεια με μέγιστη τιμή 12 V για το ένα κανάλι και τα 120 V για το άλλο. Έχει τη δυνατότητα και αυτό να συνδεθεί με ηλεκτρονικό υπολογιστή και να συνεργαστεί με το LabView για την καταγραφή των μετρήσεων σε ηλεκτρονικό αρχείο. Συνεπώς, μπορεί να μετρηθεί και να καταγραφεί η ωμική αντίσταση αν συνδυαστεί με πηγή ρεύματος. Στην παρακάτω εικόνα βλέπουμε το περιβάλλον του LabView κατά την ηλεκτρονική καταγραφή των μετρήσεων συναρτήσει του χρόνου.



Εικόνα 3.5. Το LabView κατά τη μέτρηση ηλεκτρικής τάσης. Και εδώ βλέπουμε τη μετρούμενη τιμή, το χρόνο, και το αντίστοιχο γράφημα.

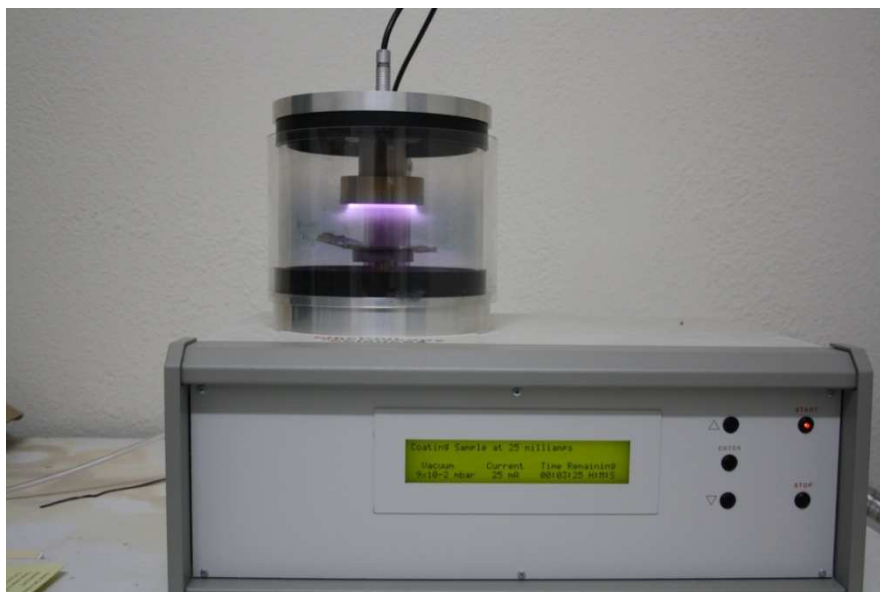
3.1.6. Ηλεκτρόμετρο Keithley 6517B

Η συσκευή Keithley 6517B έχει την ικανότητα να μετράει τάση, ένταση ρεύματος καθώς και να εφαρμόζει σταθερή τάση. Στην περίπτωση που του ζητηθεί να εφαρμόσει σταθερή τάση, έχει την ικανότητα να μετρήσει την ωμική αντίσταση διαιρώντας την τάση με την ένταση του ρεύματος που μετράει. Και αυτό έχει την δυνατότητα να επικοινωνεί με το LabView για τον χειρισμό του και την ηλεκτρονική καταγραφή των μετρήσεων. Για την εργασία αυτή χρησιμοποιήθηκε ως βολτόμετρο, καθότι ως πηγή δεν είχε την ικανότητα να εφαρμόζει σταθερό ρεύμα. Η χρήση του ως πηγή έγινε κυρίως στις προκαταρκτικές μετρήσεις.

3.1.7. Συσκευή Εναπόθεσης Χρυσού EMS

Η συσκευή εναπόθεσης χρυσού EMS έχει τη δυνατότητα να κάνει εναπόθεση χρυσού με δημιουργία πλάσματος σε αργό. Γι' αυτό το λόγο έχει ένα θάλαμο κενού όπου υπάρχει κατάλληλη βάση για τη τοποθέτηση του δοκιμίου, η οποία μπορεί να περιστρέφεται κατά την εναπόθεση, και είναι συνδεδεμένη με μία φιάλη με αργό και με μία αντλία κενού μάρκας Varian. Το μέγιστο πάχος εναπόθεσης για ρεύμα 25 mA είναι 30 nm για κάθε στρώση. Αρχικά με την αντλία κενού γίνεται κενό στο θάλαμο που έχει τοποθετηθεί το δείγμα μέχρι η πίεση να πέσει κάτω από τα

10^{-1} mbar. Μετά υπάρχει χρονοκαθυστέρηση 10 λεπτών, που μπορεί να τροποποιηθεί ή να παρακαμφθεί κατά βούληση, όπου η αντλία συνεχίζει να κάνει κενό. Κατόπιν ξεκινάει η ροή αερίου αργού μέσα στο θάλαμο. Εκείνη τη στιγμή η πίεση έχει πέσει κι άλλο και βρίσκεται γύρω στα 4×10^{-2} mbar λόγω της χρονοκαθυστέρησης, αλλά εξ' αιτίας της εισαγωγής του αργού ανεβαίνει για λίγο μέχρι περίπου τα 9×10^{-2} mbar για να σταθεροποιηθεί μετά από λίγα δευτερόλεπτα γύρω στα 6×10^{-2} mbar. Κατόπιν ενεργοποιείται το πλάσμα και ξεκινάει η εναπόθεση. Η αντλία κενού εξακολουθεί να είναι σε λειτουργία καθ' όλη τη διάρκεια της διαδικασίας αυτής και συνεχίζει μέχρι να ολοκληρωθεί η εναπόθεση. Η ένταση του ρεύματος στο πλάσμα είναι ρυθμισμένη στα 25 mA και ο χρόνος εναπόθεσης στα 4 min, που είναι και ο μέγιστος, αλλά μπορούν να τροποποιηθούν κατά βούληση και οι δύο αυτές παράμετροι. Μετά από τα 4 λεπτά έχει εναποτεθεί στρώση χρυσού πάχους 30 nm, οπότε και απενεργοποιείται το πλάσμα, αλλά εξακολουθεί για λίγα δευτερόλεπτα ακόμα η ροή αργού για να καθαρίσει ο θάλαμος και να χαλάσει το κενό.



Εικόνα 3.6. Η συσκευή εναπόθεσης χρυσού EMS που χρησιμοποιήθηκε για την δημιουργία των επαφών από χρυσό.

3.1.8. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διέλευσης, SEM, FEI Nova NanoSEM 230

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο SEM Nova NanoSEM 230 της FEI έχει την ικανότητα να παίρνει εικόνες με ανάλυση αρκετών νανομέτρων. Έτσι χρησιμοποιήθηκε για να παρθούν εικόνες των δοκιμίων, όπου απεικονίζονται με μεγάλη λεπτομέρεια η μήτρα και το έγκλεισμα πριν και μετά τη θραύση. Έχει απεικονιστεί ακόμα και η επιφάνεια θραύσης μίας ίνας άνθρακα από τα δοκίμια με ανθρακονήματα. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο έχει ένα θάλαμο κενού όπου τοποθετείται το δείγμα. Ένα πυροβόλο ηλεκτρονίων δημιουργεί μία δέσμη ηλεκτρονίων η οποία σαρώνει την επιθυμητή περιοχή του δείγματος. Ανιχνεύοντας τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια που προέρχονται από το κάθε σημείο που στοχεύει η δέσμη μπορούν να δημιουργηθούν οι φωτογραφίες της περιοχής που σαρώθηκε. Ανιχνεύονται δύο ειδών ηλεκτρόνια, τα οπισθοσκεδαζόμενα ή ελαστικά σκεδαζόμενα και τα δευτερογενή. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι αυτά που σκεδάζονται από το δείγμα χωρίς να χάσουν ενέργεια και προέρχονται κυρίως από επιφανειακές στρώσεις δίνοντας πληροφορία κυρίως για το ατομικό βάρος του υλικού, καθότι όσο πιο πολλά πρωτόνια έχει ο πυρήνας τόσο πιο πολλά είναι και τα ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια έχουν πολύ μικρότερη ενέργεια από τα πρωτογενή και προέρχονται κυρίως από μη ελαστικές συγκρούσεις με πρωτογενή ηλεκτρόνια, δηλαδή με αυτά της δέσμης. Δίνουν πληροφορίες για τη μορφολογία του υλικού και προέρχονται από μεγαλύτερο βάθος από ότι τα οπισθοσκεδαζόμενα.

3.2. Προκαταρκτικές Δοκιμές

Πριν γίνουν τα τελικά πειράματα που αφορούσαν το κάθε υλικό έγιναν κάποιες προκαταρκτικές δοκιμές για να διαπιστωθούν ποιες θα ήταν οι καλύτερες παράμετροι για ορισμένα ζητήματα που αφορούσαν τα πειράματα, π.χ. προτιμότερη κόλλα, προτιμότερος τρόπος κόλλησης, αντοχή καλωδίων, κλπ. Σε αυτές τις δοκιμές αποφασίστηκε και το πάχος εναπόθεσης χρυσού των 60 nm αντί των 30 nm.

Άλλες προκαταρκτικές δοκιμές αφορούσαν την ύπαρξη ή μη βάσης, για την οποία θα γίνει εκτενέστερη αναφορά παρακάτω, καθώς και μία πρώτη εκτίμηση της αντοχής των υλικών για να εκτιμηθούν κάποιες παράμετροι των τελικών πειραμάτων, όπως π.χ. η προένταση των δοκιμίων ή τα όρια μεταξύ των οποίων θα γινότουσαν οι κυκλικές φορτίσεις κλπ. Στις παραγράφους και τα κεφάλαια που ακολουθούν γίνεται λεπτομερέστερη ανάλυση για την κάθε ομάδα υλικών χωριστά τόσο για το προπαρασκευαστικό μέρος των τελικών πειραμάτων όσο και για το μετρητικό, όπου υπάρχουν και περισσότερες πληροφορίες σχετικά με το τι διαπιστώθηκε σε αυτές τις προκαταρκτικές δοκιμές και σε τι αποφάσεις οδήγησαν.

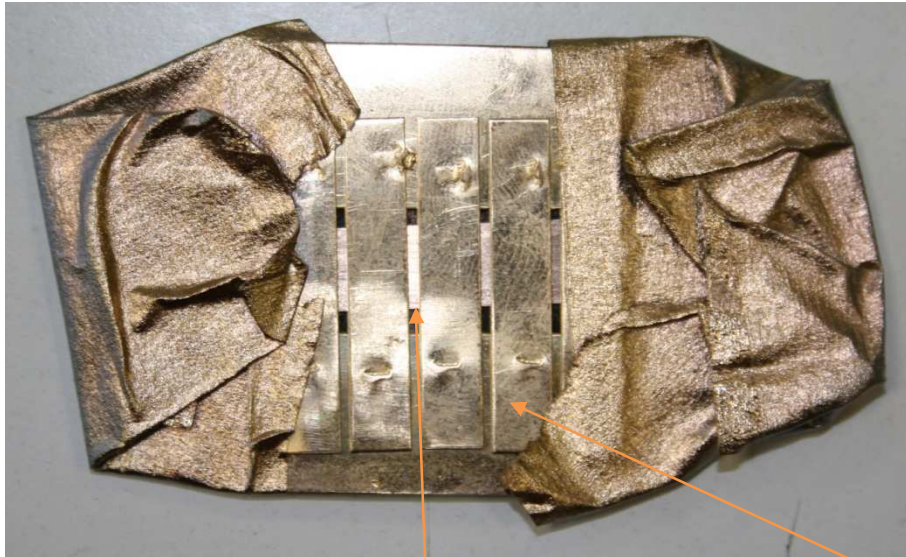
Κατά τις προκαταρκτικές δοκιμές έγιναν και μετρήσεις αντοχής και συμπεριφοράς σε δείγματα των χάλκινων καλωδίων με τα οποία θα ενώνονταν οι ηλεκτρικές επαφές των δοκιμών με τα μετρητικά. Δηλαδή είχε εφαρμοστεί από το ένα άκρο στο άλλο ηλεκτρικό ρεύμα σχετικά μεγάλης έντασης, 1 A, για αρκετή ώρα για να διερευνηθεί αν μεταβάλλεται η αντίσταση, η θερμοκρασία, ή αν κόβεται ή λιώνει. Βέβαια στα πειράματα ποτέ δεν εφαρμόστηκαν τόσο μεγάλα ρεύματα, η μέγιστη τιμή έντασης ρεύματος που επιβλήθηκε ήταν 100 mA. Όμως θέλαμε να διερευνήσουμε τη συμπεριφορά του καλωδίου σε ακραίες καταστάσεις. Ούτε χρησιμοποιήθηκαν τα συγκεκριμένα δείγματα καλωδίων σε μετέπειτα πειράματα. Παρατηρήθηκε ότι ούτε μεταβάλλεται η αντίστασή του ούτε θερμαίνεται ή καταστρέφεται. Άρα αφού για ρεύμα έντασης 1 A δεν άλλαζε η συμπεριφορά των καλωδίων, τότε δεν θα υπήρχε πρόβλημα σε μικρότερες εντάσεις.

Επίσης, κατά τις δοκιμές αυτές ελέγχθηκε και η συμπεριφορά δειγμάτων των δοκιμών σε ακραία ρεύματα. Διαπιστώθηκε ότι δεν υπήρχε πρόβλημα θέρμανσης ή αλλαγής της αντίστασης ή καταστροφής του δοκιμίου. Επίσης έγιναν και μετρήσεις σε μικρότερα ρεύματα π.χ. 100, 10 και 1 mA, και σε διάφορες ηλεκτρικές τάσεις, προκειμένου να διαπιστωθεί αν ο λόγος μένει σταθερός και η ηλεκτρική αντίσταση του υλικού έχει ωμική συμπεριφορά ή όχι. Όλα τα υλικά που αναφέρονται σ' αυτή την εργασία διαπιστώθηκε ότι έχουν ηλεκτρική αντίσταση ανεξάρτητη από το ρεύμα που τα διαρρέει ή τη τάση που τους εφαρμόζεται. Οπότε έχουμε να κάνουμε με ωμικές αντιστάσεις.

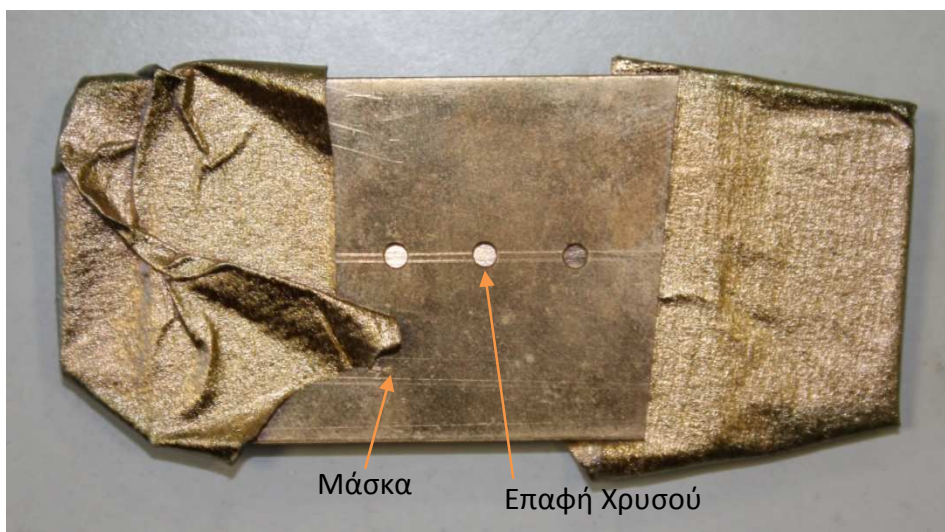
3.3. Προετοιμασία των Δοκιμών

3.3.1. Αρχικά Στάδια

Αρχικά δημιουργούνταν οι ηλεκτρικές επαφές με εναπόθεση χρυσού. Δηλαδή στα σημεία που θα γινόταν η επικόλληση των χάλκινων καλωδίων πάνω στα δοκίμια γινόταν εναπόθεση χρυσού πάχους 60 nm. Σύμφωνα με τις τεχνικές προδιαγραφές της συσκευής εναπόθεσης που περιγράφηκε παραπάνω, η κάθε στρώση που μπορούσε να κάνει ήταν 30 nm. Από δοκιμές βρέθηκε ότι ήταν καλύτερο όταν γινότουσαν δύο στρώσεις εναπόθεσης, δηλαδή 60 nm, από ότι όταν γινόταν μία. Για τη δημιουργία των επαφών χρυσού γινόταν η τοποθέτηση του δοκιμίου κάτω από μία μάσκα που είχε ανοίγματα στα σημεία που θα γινόταν η εναπόθεση. Έτσι δεν γινόταν εναπόθεση παντού, αλλά στις επιθυμητές περιοχές. Στις παρακάτω εικόνες φαίνεται ένα δοκίμιο κάτω από τη μάσκα και κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης.



Εικόνα 3.7. Δοκίμιο για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης κάτω από τη μάσκα. Διακρίνονται οι εναποθέσεις χρυσού που έχουν γίνει για να δημιουργηθούν οι ηλεκτρικές επαφές.



Εικόνα 3.8. Δοκίμιο για μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης κάτω από τη μάσκα. Διακρίνονται οι εναποθέσεις χρυσού που έχουν γίνει για να δημιουργηθούν οι ηλεκτρικές επαφές.



Εικόνα 3.9. Δοκίμιο κάτω από τη μάσκα μέσα στη συσκευή EMS κατά τη διάρκεια της εναπόθεσης. Διακρίνεται η χαρακτηριστική λάμψη του πλάσματος καθώς και ο στόχος χρυσού.

Τα ηλεκτρόδια ήταν χάλκινα καλώδια που έπρεπε να επικολληθούν με ειδική αγώγιμη κόλλα στο ένα τους άκρο πάνω στις επαφές από χρυσό που είχαν δημιουργηθεί πάνω στο δοκίμιο από το αμέσως προηγούμενο στάδιο. Το άλλο τους άκρο έπρεπε να ενωθεί με τα καλώδια των μετρητικών για να γίνουν οι ηλεκτρικές μετρήσεις κατά την διάρκεια των πειραμάτων. Τα χάλκινα καλώδια ήταν ηλεκτρικά μονωμένα για να μην δημιουργηθούν προβλήματα αν ακουμπούσαν σε αγώγιμη επιφάνεια κατά τη διάρκεια των μετρήσεων. Γι' αυτό έπρεπε πρώτα να γυμνωθούν λίγο στις άκρες τους για να εξασφαλιστεί καλή ηλεκτρική αγωγιμότητα στις ηλεκτρικές επαφές τους με τα καλώδια των μετρητικών, από τη μία, και με το δοκίμιο, από την άλλη. Έτσι λαμβανότανε ιδιαίτερη μέριμνα ώστε να μην μείνει ποσότητα μονωτικού πάνω στην επαφή. Από την άλλη, όμως, έπρεπε να μην τραυματιστούν κατά τη διαδικασία αυτή, γιατί υπήρχε ο κίνδυνος να αποδυναμωθούν και να κοπούν σε μεταγενέστερο στάδιο της προετοιμασίας ή κατά τη διάρκεια του πειράματος.

Αφού είχαν γυμνωθεί οι άκρες τους, γινόταν έλεγχος της αγωγιμότητάς τους. Με το μετρητικό ελεγχόταν η αντίσταση κάθε γυμνού άκρου του καλωδίου. Δηλαδή γινόταν μέτρηση από το άκρο του καλωδίου μέχρι το σημείο που τελείωνε το απογυμνωμένο κομμάτι. Έπειτα, γινόταν μέτρηση της ηλεκτρικής αντίστασης όλου

του χάλκινου καλωδίου, δηλαδή από το ένα γυμνό άκρο του στο άλλο. Συνήθως ήταν γύρω στο 1 Ω, ενώ το μήκος τους δεν ξεπερνούσε τα 40 cm το καθένα.

Τέλος γινόταν η μέτρηση της αντίστασης πάνω στην επαφή του χρυσού. Και εκεί η αντίσταση ήταν μικρή. Μετά μετριόταν η αντίσταση από επαφή σε επαφή χρυσού και συγκρινόταν με αυτή από ένα σημείο σε ένα άλλο του δοκιμίου που δεν υπήρχε χρυσός. Από επαφή σε επαφή χρυσού είχαμε καλύτερη αγωγιμότητα.

Επίσης έγιναν μετρήσεις ηλεκτρικής αντίστασης και στα καλώδια των μετρητικών που θα συνδέονταν με τα χάλκινα καλώδια για το πείραμα. Η αντίστασή τους δεν ξεπέρασε το 0.3 με 0.5 Ω.

3.3.2. Δοκίμια με τους Νανοσωλήνες Άνθρακα

Τα δοκίμια με πολυμερική μήτρα και έγκλεισμα από νανοσωλήνες άνθρακα είχαν μορφή dog bone, όπως φαίνεται παρακάτω.

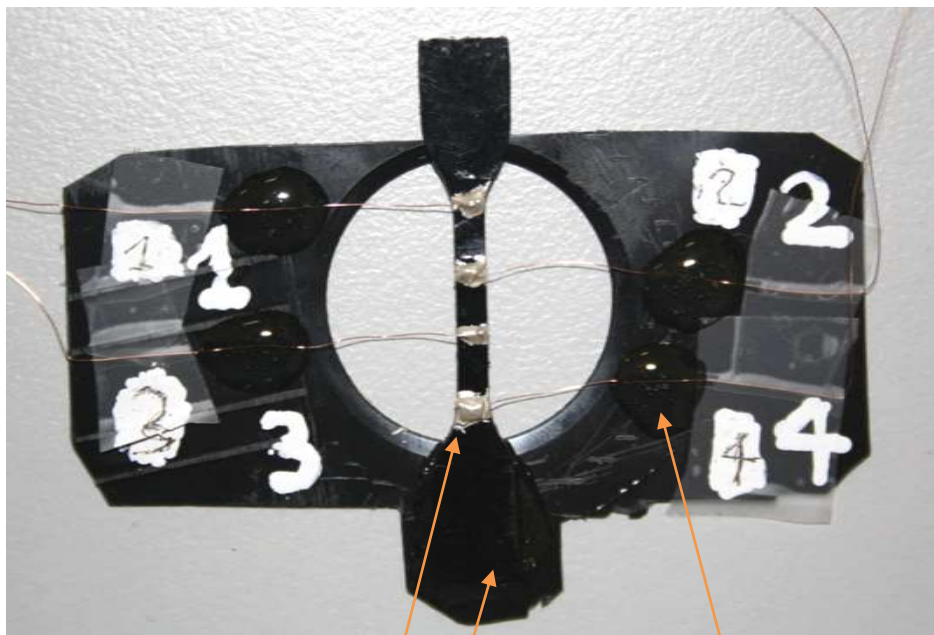


Εικόνα 3.10. Η μορφή των δοκιμίων με πολυμερική μήτρα και έγκλεισμα από νανοσωλήνες άνθρακα. Διακρίνονται οι επαφές χρυσού που έχουν δημιουργηθεί.

Το πάχος αυτών των δοκιμίων είναι 0.9 mm περίπου και το πλάτος τους 3 mm. Το συνολικό τους μήκος είναι 5.1 cm, ενώ το λεπτό κομμάτι έχει μήκος 1.8 cm. Το πλάτος στα άκρα είναι 8.5 cm. Από εκεί γινόταν η αγκύρωση στις αρπάγες της Instron. Οι επαφές από χρυσό έχουν πλάτος 1.35 mm και μήκος 3 mm, όσο και το πλάτος του δοκιμίου, και πάχος 60 nm. Οι αποστάσεις μεταξύ τους είναι 6 mm. Σ' αυτά τα δοκίμια γινότανε μέτρηση της αντίστασης κατά μήκος του δοκιμίου. Η πηγή έβαζε σταθερό ρεύμα στις δύο ακραίες επαφές και το βολτόμετρο μέτραγε την διαφορά δυναμικού μεταξύ των δύο μεσαίων επαφών.

Μετά τη δημιουργία των επαφών στο δοκίμιο έπρεπε να κολληθούν τα χάλκινα ηλεκτρόδια. Όμως επειδή το πλάτος του ήταν μικρό, 3 mm, άρα και το μέγεθος της

κόλλησης ήταν μικρό, $3 \times 1.3 \text{ mm}^2$ περίπου, υπήρχε ο κίνδυνος να ξεκολλήσουν με μία απότομη κίνηση. Γι' αυτό θεωρήθηκε καλύτερο να βρίσκεται όλη η κατασκευή πάνω σε μία πλαστική βάση, όπου θα μπορούσαν να αγκυρωθούν τα καλώδια σε μεγαλύτερη επιφάνεια κόλλησης και με περισσότερη ποσότητα κόλλας, έτσι ώστε σε κάποιο τράβηγμα του καλωδίου κατά τη μετακίνηση του δοκιμίου, η δύναμη του καλωδίου να μην ασκούταν πάνω στην κόλληση της ηλεκτρικής επαφής στο δοκίμιο, αλλά στην βάση. Η παρακάτω φωτογραφία περιγράφει αυτή την κατασκευή.



Εικόνα 3.11. Το δοκίμιο πάνω στη βάση του. Διακρίνονται οι κολλήσεις των ηλεκτρικών επαφών, των καλωδίων στη βάση, καθώς και η κόλληση του δοκιμίου στη βάση.

Αρχικά γινόταν επικόλληση του δοκιμίου στη πλαστική βάση με εποξειδική κόλλα δύο συστατικών που ήταν μονωτική στο ηλεκτρικό ρεύμα. Η κόλληση γινόταν στο ένα άκρο του δοκιμίου. Το υπόλοιπο δοκίμιο ήταν ελεύθερο να παραμορφωθεί. Αυτή η κατασκευή δεν επηρέαζε την μηχανική συμπεριφορά του δοκιμίου, γιατί η κόλληση γινόταν μόνο στη περιοχή του δοκιμίου που προορίζεται για να αγκυρωθεί στην αρπάγη της Instron. Το υπόλοιπο δοκίμιο είναι ελεύθερο. Αυτό επιβεβαιώθηκε και από το πείραμα, καθώς η βάση δεν ξεκόλλησε ούτε γλίστρησε και το δοκίμιο αστόχησε κανονικά στη λεπτή του περιοχή. Δηλαδή, στην μία αρπάγη της Instron είχε αγκυρωθεί το δοκίμιο μαζί με τη βάση και στην άλλη το ελεύθερο άκρο. Έτσι το βάρος της βάσης δεν ασκούταν στο δοκίμιο, αλλά στην αρπάγη.

Αφού στέγνωσε η κόλλα τότε γίνονταν οι κολλήσεις των καλωδίων πάνω στη βάση με την ίδια κόλλα που ήταν μονωτική στο ρεύμα. Αφού στέγνωσε και αυτή, τοποθετούνταν οι άκρες των καλωδίων πάνω στις επαφές από χρυσό του δοκιμίου. Όταν είχαν τοποθετηθεί σωστά κατά τρόπο ώστε να ακουμπάνε καλά πάνω στις επαφές και σε περίπτωση μικρής μετακίνησής τους αυτά να επιστρέφουν πάλι πάνω στην επαφή, τότε γινόταν η κόλλησή τους πάνω στην επαφή με τη χρήση ηλεκτρικά αγώγιμης κολλάς δύο συστατικών. Έτσι εξασφαλιζόταν ότι σε περίπτωση απότομου τραβήγματος του άλλου άκρου του χάλκινου καλωδίου, το τμήμα του μεταξύ της κόλλησης στη βάση και της κόλλησης στην επαφή θα έμενε άτονο. Η αγώγιμη, όμως κόλλα για να στερεοποιηθεί έπρεπε να θερμανθεί στους 80 βαθμούς Κελσίου για μισή ώρα. Τα υπόλοιπα συστατικά, καθώς και το δοκίμιο δεν πάθαιναν κάποια βλάβη σε αυτή τη θερμοκρασία, οπότε δεν υπήρχε κάποιο πρόβλημα, όπως διαπιστώθηκε και από τις δοκιμαστικές μετρήσεις. Δηλαδή δοκίμιο που είχε μείνει για 45 min στους 90 °C είχε την ίδια μηχανική και ηλεκτρική συμπεριφορά με κάποιο που δεν είχε θερμανθεί. Η αντοχή και η ηλεκτρική αγωγιμότητα της αγώγιμης κόλλας, όμως, αυξάνονταν σημαντικά. Έτσι μετά την κόλληση η όλη κατασκευή θερμαινόταν σε φούρνο στους 85 °C περίπου για 40 min περίπου για να στερεοποιηθεί η αγώγιμη κόλλα.

Κατόπιν γινόταν τελικός έλεγχος του δοκιμίου και της βάσης για τυχόν ελαττώματα και μέτρηση της αγωγιμότητάς του κυρίως για να διαπιστωθεί η καλή κατάσταση των καλωδίων και των επαφών. Η μέτρηση της αντίστασης κατά το πείραμα γινόταν μεταξύ των σημείων 2 και 3, ενώ η πηγή ρεύματος εφαρμοζόταν στα 1 και 4, όπως φαίνονται στην εικόνα 3.11, για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης (longitudinal resistivity) με 4 καλώδια (four wire sensing). Με παρόμοιο τρόπο γίνονταν και οι δοκιμαστικές μετρήσεις κατά το στάδιο αυτό για να διαπιστωθεί ότι δεν υπήρχαν προβλήματα και ότι το δοκίμιο είναι έτοιμο για το τελικό πείραμα. Επιπλέον γινόντουσαν και μετρήσεις με διαφορετικές τάσεις και ρεύματα για να διαπιστωθεί ότι διατηρείται ο ωμικός χαρακτήρας.

Για την ηλεκτρική μόνωση των άκρων του δοκιμίου που θα αγκυρώνονταν στις αρπάγες της Instron χρησιμοποιήθηκε κατάλληλος μονωτής στις αρπάγες. Ωστόσο μόνωνε ηλεκτρικά και η κόλλα που υπήρχε γύρω από τα άκρα του δοκιμίου και είχε χρησιμοποιηθεί για την κόλλησή του στη βάση. Γενικά λήφθηκε ιδιαίτερη μέριμνα να μην υπάρχει διαρροή ρεύματος προς της αρπάγες γιατί αυτές δεν ήταν ηλεκτρικά μονωμένες και έκλειναν κύκλωμα, και μάλιστα με μικρή ωμική αντίσταση. Παρ' όλα αυτά στις δοκιμές που αναφέρονται στη παράγραφο 3.2 στις περιπτώσεις που δεν είχαν μονωθεί οι αρπάγες και κάνανε κύκλωμα, η ηλεκτρική συμπεριφορά του δοκιμίου ήταν σχεδόν παρόμοια ποιοτικά με την περίπτωση που υπήρχε ηλεκτρική μόνωση, αλλά διέφερε ποσοτικά.

3.3.3. Δοκίμια με τα Ανθρακονήματα για Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης

Τα δοκίμια με μήτρα ΡΕΕΚ και ίνες άνθρακα κατά μήκος της μεγάλης τους διάστασης είχαν σχήμα ορθογωνίου παραλληλογράμμου μήκους 6 cm και πλάτους 6 mm και πάχος 0.15 mm. Στο κάθε άκρο είχαν κολληθεί και από τις δύο όψεις του δοκιμίου κομμάτια από το ίδιο υλικό (end taps) διαστάσεων $6 \times 10 \text{ mm}^2$ και πάχους 0.15 mm το καθένα για καλύτερη αγκύρωση στις αρπάγες της Instron. Η κόλληση είχε γίνει με εποξειδική κόλλα δύο συστατικών. Η ίδια κόλλα είχε απλωθεί σε λεπτή στρώση και πάνω από τα taps, δηλαδή μεσολαβούσε μεταξύ των δαγκάνων της Instron και του δοκιμίου, προκειμένου να εξασφαλιστεί η ηλεκτρική μόνωση του δοκιμίου και καλύτερη συνάφεια με τις αρπάγες. Ωστόσο, ακόμα και αν οι ραβδώσεις που είχαν οι αρπάγες για καλύτερη συνάφεια εισέρχονταν μέσα σ' αυτή τη στρώση της κόλλας αρκετά βαθιά ώστε να ακουμπήσουν στα αγώγιμα taps, πάλι δεν υπήρχε πρόβλημα διαρροής ρεύματος, γιατί κάτω από τα taps παρεμβαλλόταν η στρώση της κόλλας για να κολλήσουν με το δοκίμιο, οπότε εξακολουθούσε να υπάρχει ηλεκτρική μόνωση.

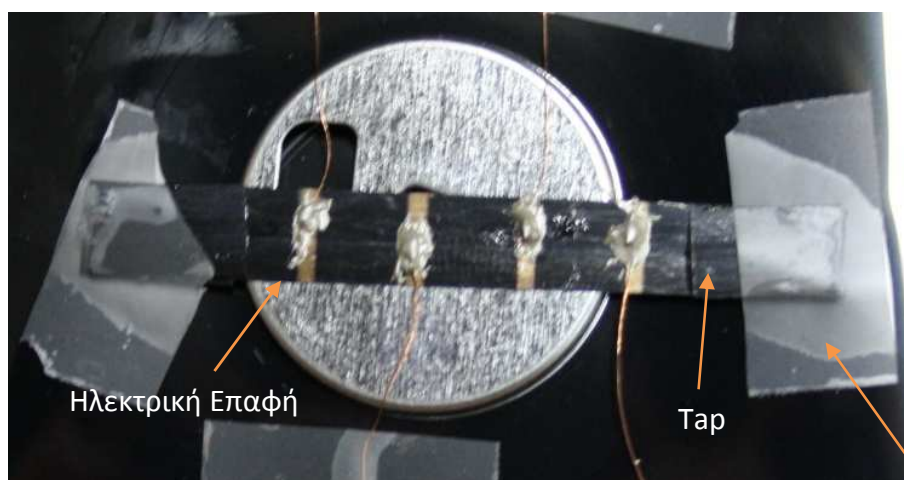


Εικόνα 3.12. Η μορφή των δοκιμίων ΡΕΕΚ με ανθρακονήματα χωρίς τα taps. Διακρίνονται οι επαφές χρυσού που έχουν δημιουργηθεί για μετρήσεις longitudinal αγωγιμότητας.

Οι επαφές από χρυσό είχαν πλάτος 1.35 mm, μήκος όσο και το πλάτος του δοκιμίου, δηλαδή 6 mm, και πάχος 60 nm. Οι αποστάσεις μεταξύ τους ήταν 6 mm. Σε αυτές είχαν κολληθεί με την αγώγιμη κόλλα δύο συστατικών τα χάλκινα καλώδια. Τέλος το δοκίμιο είχε θερμανθεί στους 85 °C περίπου για 40 min περίπου για να πήξει η αγώγιμη κόλλα. Εδώ δεν χρησιμοποιήθηκε η πλαστική βάση αγκύρωσης των καλωδίων που είχε χρησιμοποιηθεί στα δοκίμια με νανοσωλήνες άνθρακα, γιατί οι διαστάσεις των επαφών τους ήταν αρκετά μεγαλύτερες, λόγω του μεγαλύτερου πλάτους του δοκιμίου, διπλάσιο, οπότε η ποσότητα της αγώγιμης κόλλας και η επιφάνεια της κόλλησης ήταν αρκετά ώστε η κόλλα να έχει σημαντική αντοχή, όπως αποδείχτηκε από τις προκαταρκτικές δοκιμές που αναφέρονται στη παράγραφο 3.2, με αποτέλεσμα να αντέχει σε πιθανά τραβήγματα του καλωδίου. Επιπλέον, επειδή η αντοχή των ινωδών δοκιμίων ήταν πολύ μεγαλύτερη από τα άλλα, υπήρχε ο

κίνδυνος να ξεκολλήσει η βάση από το δοκίμιο επηρεάζοντας σημαντικά τη μέτρηση, πράγμα που συνέβη κατά τις προκαταρκτικές δοκιμές.

Κατόπιν γίνονταν οι μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας του δοκιμίου, αλλά και οι μετρήσεις που περιγράφηκαν σε προηγούμενη παράγραφο για να διαπιστωθεί ότι διατηρείται ο ωμικός χαρακτήρας του. Η παρακάτω εικόνα δείχνει ένα τέτοιο δοκίμιο έτοιμο για το τελικό πείραμα, το οποίο βρίσκεται κολλημένο μαζί με τα καλώδιά του σε μία προσωρινή βάση μεταφοράς με κολλητικές ταινίες. Για το πείραμα αφαιρείται από αυτήν.



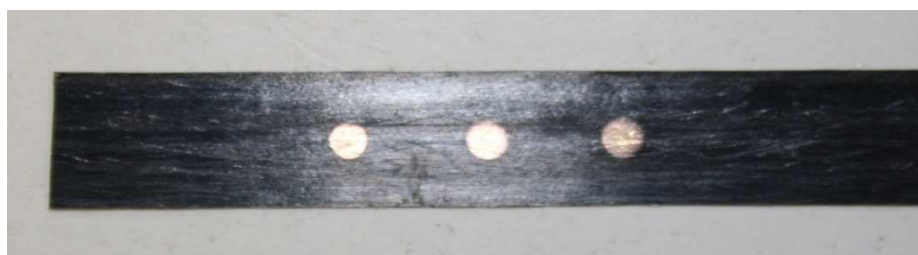
Εικόνα 3.13. Το δοκίμιο και τα καλώδια κολλημένα προσωρινά με κολλητική ταινία πάνω στη βάση μεταφοράς του. Για το πείραμα αφαιρείται από αυτήν. Διακρίνονται οι κολλήσεις των ηλεκτρικών επαφών και τα taps.

Στις δύο μεσαίες επαφές είχε συνδεθεί το βολτόμετρο και στις δύο ακραίες η πηγή ρεύματος για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης (longitudinal resistivity) με 4 καλώδια (four wire sensing).

3.3.4. Δοκίμια με τα Ανθρακονήματα για Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης

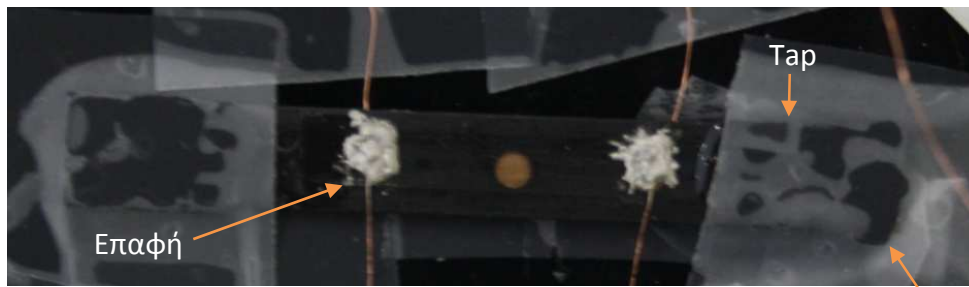
Αυτά τα δοκίμια είχαν τις ίδιες φυσικές διαστάσεις με τα προηγούμενα, δηλαδή 6 cm μήκος, 6 mm πλάτος και 0.15 mm πάχος. Και σε αυτά είχαν κολληθεί taps ίδιων διαστάσεων με τα προηγούμενα, δηλαδή 10 mm μήκος και 6 mm πλάτος με την ίδια κόλλα δύο συστατικών, η οποία είχε χρησιμοποιηθεί και για την επικάλυψή τους, όπως και πριν, για ηλεκτρική μόνωση και για καλύτερη συνάφεια. Εδώ όμως διαφέρει η επιφάνεια των επαφών. Οι ηλεκτρικές επαφές από χρυσό είναι κυκλικές

και έχουν τοποθετηθεί τρεις σε κάθε όψη του δοκιμίου. Επιλέχθηκε το κυκλικό σχήμα γιατί η ερευνητική ομάδα προτίθεται να προβεί στο μέλλον σε πειράματα μέτρησης της εγκάρσιας αντίστασης και με τη χρήση εναλλασσόμενου ρεύματος, όπου εκεί θα χρησιμοποιήσουν ηλεκτρικές επαφές κυκλικού σχήματος, και θα προβούν σε συγκρίσεις με τις παρούσες με το συνεχές ρεύμα. Έτσι για λόγους ομοιογένειας αποφασίστηκε και οι παρούσες μετρήσεις συνεχούς ρεύματος να έχουν κυκλικές επαφές. Η διάμετρος της κάθε επαφής ήταν 2.35 mm και το πάχος της 60 nm. Οι αποστάσεις μεταξύ τους είναι 8 mm. Στο παρακάτω σχήμα φαίνεται ένα τέτοιο δοκίμιο χωρίς τα taps.



Εικόνα 3.14. Η μορφή των δοκιμίων PEEK με ανθρακονήματα χωρίς τα taps. Διακρίνονται οι επαφές χρυσού που έχουν δημιουργηθεί για μετρήσεις through thickness αγωγιμότητας.

Κατόπιν γίνονταν οι κολλήσεις των χάλκινων καλωδίων στις επαφές από χρυσό, όπως και στα προηγούμενα, με τη χρήση της αγωγίμης κόλλας δύο συστατικών και γινόταν η θέρμανση στους 85 °C περίπου για 40 min περίπου προκειμένου να πήξει η αγωγή κόλλα. Τέλος γίνονταν οι ηλεκτρικές μετρήσεις και ο τελικός έλεγχος αγωγιμότητας και ωμικής συμπεριφοράς, όπως και στα προηγούμενα. Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ένα τέτοιο δοκίμιο στο τελικό του στάδιο, το οποίο βρίσκεται κολλημένο μαζί με τα καλώδιά του με κολλητική ταινία σε μία προσωρινή βάση μεταφοράς, από την οποία αποκολλάται λίγο πριν από το πείραμα.



Εικόνα 3.15. Το δοκίμιο και τα καλώδια κολλημένα προσωρινά με κολλητική ταινία πάνω στη βάση μεταφοράς του. Για το πείραμα αφαιρείται από αυτήν. Διακρίνονται τα taps και οι κολλήσεις των ηλεκτρικών επαφών, οι οποίες είναι 4, δύο σε κάθε όψη, όπως φαίνεται και από τον αριθμό των καλωδίων, και δυο στη μέση, μία σε κάθε όψη, που εδώ δεν έχουν χρησιμοποιηθεί.

Η ίδια εικόνα υπάρχει και ακριβώς στην αντίθετη όψη του δοκιμίου. Εδώ οι μετρήσεις αντίστασης θα είναι δια μέσω του πάχους του δοκιμίου (through thickness resistivity) με τη χρήση 2 καλωδίων (two wire sensing). Οι επαφές είναι 4 και όχι 2, για να υπάρχει δυνατότητα μέτρησης σε δύο ζώνες. Για τον ίδιο λόγο έχει δημιουργηθεί και το ζευγάρι επαφών χρυσού στο μέσο του δοκιμίου, αλλά εδώ δεν έχει χρησιμοποιηθεί. Σε κάποια δοκίμια χρησιμοποιήθηκαν και οι 6 επαφές. Αυτά παρουσιάζονται αναλυτικότερα σε επόμενα κεφάλαια.

3.4. Εκτέλεση των Πειραμάτων

3.4.1. Συναρμολόγηση της Πειραματικής Διάταξης

Κατά την εκτέλεση των πειραμάτων αρχικά γινόταν σύνδεση και έλεγχος λειτουργίας του εξοπλισμού και επανέλεγχος των επαφών του δοκιμίου. Στο λογισμικό του μηκυσιόμετρου της Fiedler εισάγονταν οι διαστάσεις της διατομής του δοκιμίου. Έτσι οι τιμές φορτίου που λάμβανε από την Instron μετατρέπονταν σε μηχανική τάση. Κατόπιν, στο κάθε δοκίμιο τοποθετούνταν οι λευκές ρίγες που ήταν απαραίτητες για τη μέτρηση της σχετικής επιμήκυνσης από το λέιζερ του μηκυσιόμετρου. Μετά τοποθετούνταν στις αρπάγες της Instron. Ύστερα γινόταν η σύνδεση των χάλκινων καλωδίων με τα μετρητικά και πραγματοποιούνταν δοκιμαστικές ηλεκτρικές μετρήσεις. Η τοποθέτηση έπρεπε να γίνει προσεκτικά ώστε το δοκίμιο να είναι κεντραρισμένο και η δέσμη λέιζερ να πέφτει πάνω σε αυτό.

3.4.2. Προένταση του Δοκιμίου

Μετά από την τοποθέτηση του δοκιμίου, του γινόταν μία μικρή προένταση αναλόγως με την αντοχή του. Το ποσό της προέντασης είχε προαποφασιστεί βάση των προκαταρκτικών δοκιμών που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2. και βασιζόταν κυρίως στην αντοχή που είχε δώσει το κάθε υλικό σ' αυτές τις προκαταρκτικές δοκιμές. Δηλαδή τα δοκίμια με τους νανοσωλήνες άνθρακα στις δοκιμές έφταναν μέχρι τα 55 N περίπου για τη συγκεκριμένη διατομή των 2.7 mm², δηλαδή 20 MPa περίπου. Οπότε σ' αυτά δίναμε μία προένταση 3 N το πολύ, δηλαδή περίπου 1 MPa, που είναι το 5 % της αντοχής τους. Τα δοκίμια με τα ανθρακονήματα έφταναν στις προκαταρκτικές δοκιμές τα 1000 MPa περίπου. Οπότε σ' αυτά δίναμε προένταση περίπου 45 N, δηλαδή γύρω στα 50 MPa για τη διατομή των 0.9 mm², που είναι το 5 % περίπου της αντοχής τους. Ωστόσο δίναμε προσοχή ώστε μετά την επιβολή της προέντασης όλα να ήταν έτοιμα για να ξεκινήσουν οι τελικές μετρήσεις, έτσι ώστε να μην μείνει εντεταμένο πολλή ώρα το δοκίμιο στις αρπάγες για να αποφευχθεί το ενδεχόμενο ερπυσμού ή χαλάρωσης είτε λόγω της προέντασης είτε λόγω των δυνάμεων αγκύρωσης των αρπαγών.

Κατόπιν, και εφ' όσον όλα ήταν έτοιμα, μηδενιζόταν η Instron ώστε να δείχνει φορτίο 0 και όχι το ποσό της προέντασης και κατόπιν ξεκινούσαν οι τελικές μετρήσεις. Έτσι, η ποσότητα της προέντασης δεν συμπεριλαμβανόταν στις μετρούμενες τιμές μηχανικής τάσης. Όσον αφορά τις τιμές επιμήκυνσης, το λογισμικό της Fiedler μηδενίζεται αυτόματα με την έναρξη των μετρήσεων και θεωρεί ως μήκος αναφοράς τη πρώτη τιμή που θα μετρήσει. Έτσι η επιμήκυνση που οφειλόταν στην προένταση δεν συμπεριλαμβανόταν στις μετρήσεις. Δηλαδή με την έναρξη των κυρίως μετρήσεων τόσο η τιμή της σχετικής επιμήκυνσης όσο και της μηχανικής τάσης ήταν 0 για την χρονική στιγμή 0.

3.4.3. Έναρξη των Μετρήσεων

Για τον μετέπειτα συγχρονισμό των δεδομένων η διαδικασία έναρξης των κυρίως μετρήσεων γινόταν ως εξής:

1. Πρώτα ξεκίναγαν να μετράνε τα μετρητικά των ηλεκτρικών μετρήσεων, δηλαδή εφαρμογή ρεύματος και μέτρηση ηλεκτρικής τάσης ή αντίστασης. Το LabView κατέγραφε τις μετρούμενες τιμές μαζί με τη χρονική στιγμή που πάρθηκε η κάθε μία. Επίσης, στην οθόνη του LabView μαζί με τις μετρήσεις έτρεχε και ένα ρολόι που μέτραγε από τη στιγμή έναρξης της μέτρησης.

2. Μετά από 2 με 3 δευτερόλεπτα και ενώ ήταν σταθερή η τιμή της ωμικής αντίστασης, ξεκίναγε να μετράει το λογισμικό της Fiedler τιμές επιμήκυνσης και μηχανικής τάσης. Ταυτόχρονα ξεκίναγε και η Instron να εφελκεί το δοκίμιο. Το

λογισμικό της Fiedler κατέγραφε τιμές μηχανικής τάσης, σχετικής επιμήκυνσης σε διάφορες ζώνες και τις χρονικές στιγμές που αυτές είχαν παρθεί.

3. Τη στιγμή που το λογισμικό της Fiedler έπαιρνε την πρώτη μέτρηση των μηχανικών μεγεθών, καταγράφαμε τον χρόνο μέτρησης που έδειχνε το ρολόι του LabView όσον αφορά τις ηλεκτρικές μετρήσεις.

Αυτή η διαδικασία ήταν απαραίτητη επειδή δεν μπορούσαν να συγχρονιστούν όλα τα μηχανήματα μεταξύ τους για ταυτόχρονη καταγραφή όλων των δεδομένων. Έτσι έπρεπε να ακολουθηθεί αυτός ο τρόπος καταγραφής για την μετέπειτα αντιστοίχιση των μετρήσεων με τις χρονικές στιγμές, άλλα και μεταξύ τους. Δηλαδή έτσι μπορούσαμε να αντιστοιχίσουμε την κάθε χρονική στιγμή με τις ηλεκτρικές και τις μηχανικές μετρήσεις που τις αντιστοιχούσαν. Έτσι αν π.χ. η χρονική στιγμή μηδέν των μηχανικών μετρήσεων ήταν το τρίτο δευτερόλεπτο των ηλεκτρικών μετρήσεων, τότε, κατά την επεξεργασία των αποτελεσμάτων, αρκούσε να αγνοήσουμε τις τιμές των ηλεκτρικών μετρήσεων πριν από αυτή τη χρονική στιγμή και να αφαιρέσουμε από τις υπόλοιπες τιμές χρόνου 3 δευτερόλεπτα έτσι ώστε να έχουμε αντιστοιχία τιμών. Μετά από αυτό, το πρώτο δευτερόλεπτο των μηχανικών μετρήσεων θα αντιστοιχούσε με το πρώτο δευτερόλεπτο των ηλεκτρικών το δεύτερο με το δεύτερο κοκ. Βέβαια η συχνότητα δειγματοληψίας δεν ήταν τόσο αραιή, αλλά πιο πυκνή.

Τέλος το πείραμα ολοκληρωνόταν με τη θραύση του δοκιμίου. Έτσι είχαμε όλη την πορεία του από την ελαστική περιοχή μέχρι τη θραύση του.

3.5. Επεξεργασία των Αποτελεσμάτων

Κατά την επεξεργασία των αποτελεσμάτων, αρχικά γίνονταν οι υπολογισμοί για τον συγχρονισμό των δεδομένων με τον τρόπο που ανέφερα παραπάνω. Έτσι μετά από αυτό το στάδιο, είχαμε τιμή χρόνου, μηχανικής τάσης σε P_a και σχετικής, επί τοις εκατό, επιμήκυνσης συγχρονισμένες με τις απόλυτες τιμές της αντίστασης ή της ηλεκτρικής τάσης. Δηλαδή για τη χρονική στιγμή 0 είχαμε μηχανική τάση ίση με το 0, σχετική επιμήκυνση, επί τοις εκατό, ίση με το 0 και την αρχική τιμή της αντίστασης ή της τάσης. Ομοίως και για τις υπόλοιπες χρονικές στιγμές.

Κατόπιν, υπολογίζαμε την σχετική μεταβολή της αντίστασης για κάθε χρονική στιγμή με τη βοήθεια του τύπου (2.10) όταν καταγραφόταν αντίσταση, ή του (2.18) όταν καταγραφόταν ηλεκτρική τάση. Ως τιμή αναφοράς R_0 ή V_0 αντιστοίχα χρησιμοποιούταν η τιμή της αντίστασης ή τάσης στην έναρξη του πειράματος, η οποία είναι η πρώτη τιμή μετά το συγχρονισμό των δεδομένων που περιγράψω παραπάνω, δηλαδή η τιμή για $t=0$ μετά το συγχρονισμό.

Άρα στα τελικά δεδομένα είχαμε χρόνο, σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής αντίστασης επί τοις εκατό, μηχανική τάση σε Pa και σχετική επιμήκυνση, επί τοις εκατό, για κάθε χρονική στιγμή, με τη χρονική στιγμή $t = 0$ να αντιστοιχεί σε σχετική μεταβολή της αντίστασης $\delta R = 0$, μηχανική τάση $\sigma = 0$ και σχετική επιμήκυνση $\varepsilon = 0$. Οπότε μπορούσαν να γίνουν τα απαιτούμενα διαγράμματα.

Κεφάλαιο 4

Αποτελέσματα

Στο κεφάλαιο αυτό παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των τελικών πειραμάτων. Για το κάθε δοκίμιο εκτός από τα αποτελέσματα, υπάρχουν και κάποιες επιπλέον πληροφορίες σχετικά με τη συνδεσμολογία του καθότι σε μερικά δοκίμια υπάρχουν διαφοροποιήσεις. Στα προηγούμενα κεφάλαια παρουσιάστηκε η προετοιμασία των δοκιμίων ανά ομάδες, καθότι αυτή ήταν κοινή για κάθε ομάδα δοκιμίων. Στις μετρήσεις, όμως, υπάρχουν επιπλέον πληροφορίες ως προς τη συνδεσμολογία των δοκιμίων, και γι' αυτό κρίθηκε σκόπιμο να γίνει η σχετική αναφορά εδώ, για το καθένα ξεχωριστά, ώστε οι πληροφορίες και οι λεπτομέρειες που αφορούν το κάθε δοκίμιο να είναι μαζεμένες όλες μαζί με τα αποτελέσματα των αντίστοιχων μετρήσεων, για να μην χρειάζεται ο αναγνώστης να ανατρέχει επανειλημμένα σε προηγούμενα κεφάλαια.

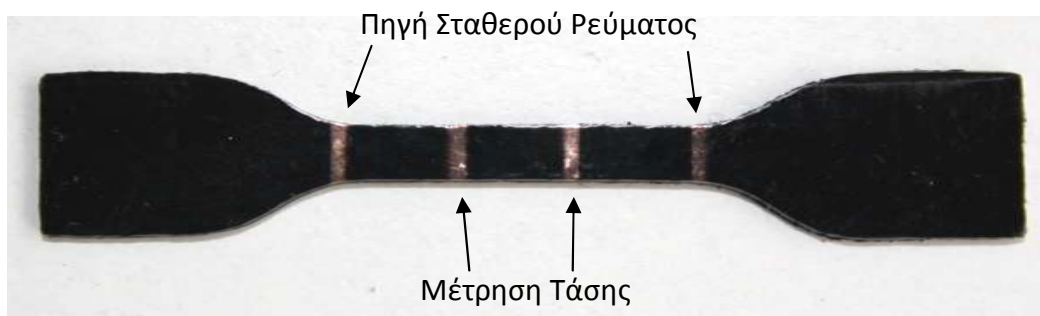
4.1. Δοκίμια από Πολυπροπυλένιο (PP) με Νανοσωλήνες Άνθρακα (CNT)

Γενικά τα δοκίμια από πολυπροπυλένιο με τους νανοσωλήνες άνθρακα είχαν όλκιμη συμπεριφορά και μεγάλες αντιστάσεις. Επίσης υπήρχαν και δοκίμια PP με περιεκτικότητες 3 % και 1.5 % σε MWCNT κατά βάρος. Σε αυτά, όμως, δεν έγιναν μετρήσεις γιατί δεν ήταν αγωγίμα, όπως προέκυψε από τις προκαταρκτικές μετρήσεις. Μόνο αυτά με 6 % ήταν αγωγίμα. Στον παρακάτω πίνακα είναι συγκεντρωμένα τα δοκίμια πολυπροπυλενίου με νανοσωλήνες άνθρακα που μετρήθηκαν.

Πίνακας Δοκιμών PP με 6 %wt MWCNT				
Αρχικές Διαστάσεις				
Βάρος	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής
0.25 g	5.1 cm	3 mm	0.9 mm	2.7 mm ²
Δοκίμιο 1	Εφελκυσμός μέχρι τη Θραύση		Μέτρηση Διαμήκουσ Αντίστασης	
Δοκίμιο 2	100 Κύκλοι και Κατόπιν Εφελκυσμός Μέχρι τη Θραύση		Μέτρηση Διαμήκουσ Αντίστασης	

Πίνακας 4.1. Πίνακας Δοκιμών από PP με MWCNT.

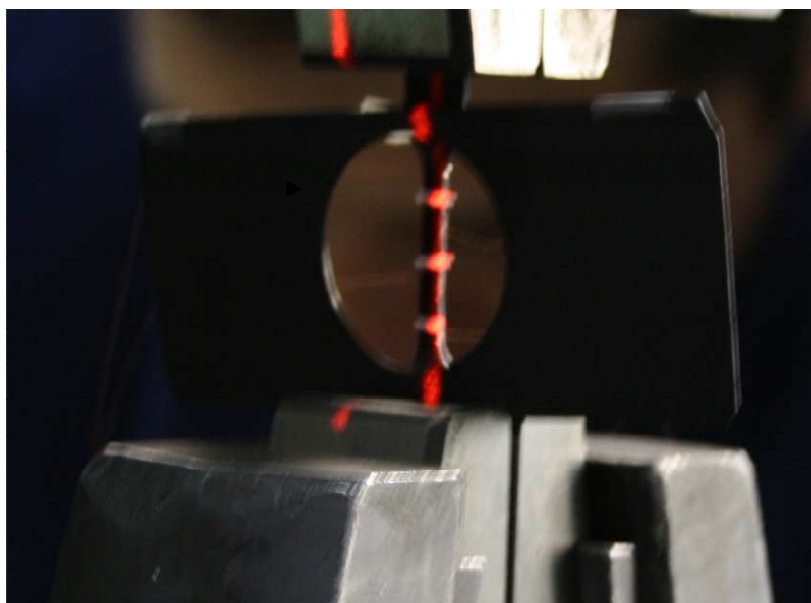
Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται ο τρόπος σύνδεσης αυτών των δοκιμών.



Εικόνα 4.1. Συνδεσμολογία δοκιμών με ανθρακονήματα για μετρήσεις διαμήκουσ αντίστασης.

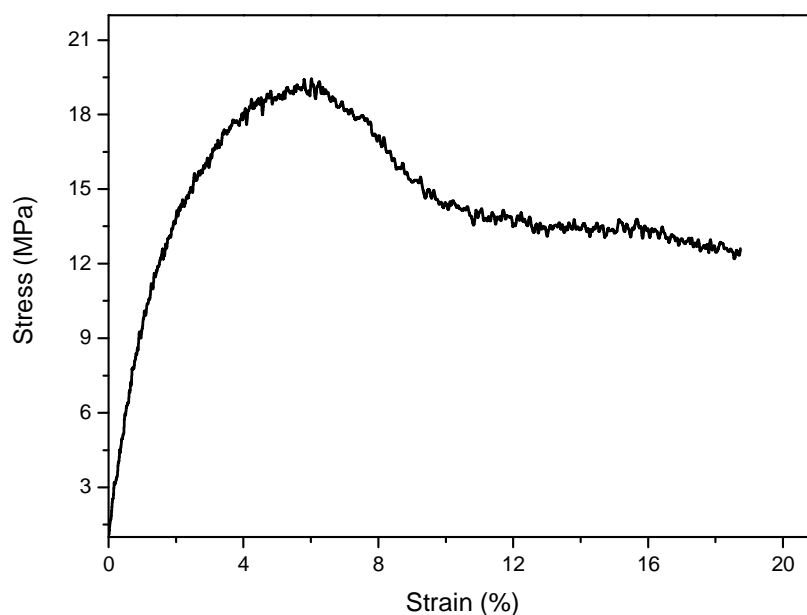
4.1.1. Πρώτο Δοκίμιο PP με MWCNT

Το δοκίμιο αυτό αποτελείται από πολυμερική μήτρα πολυπροπυλενίου (PP) με έγκλεισμα νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος (MWCNT) σε αναλογία 6 % κατά βάρος. Μετρήθηκε η διαμήκης αντίσταση (longitudinal) με την μέθοδο 4 επαφών (four wire sensing). Στις δύο ακραίες επαφές ήταν συνδεδεμένα τα ηλεκτρόδια της πηγής σταθερού ρεύματος και στις δύο μεσαίες τα ηλεκτρόδια του βολτομέτρου. Η ταχύτητα επιβολής εφελκυστικής παραμόρφωσης ήταν σταθερή και ίση με $0.6 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$. Η αρχική αντίσταση ήταν περίπου 500 KΩ. Στην παρακάτω φωτογραφία φαίνεται το δοκίμιο τοποθετημένο στην Instron όπου μπορεί κανείς να δει και τη δέσμη λέιζερ του μηκυσιόμετρου.



Εικόνα 4.2. Το δοκίμιο τοποθετημένο στην μηχανή εφελκυσμού. Διακρίνεται η δέσμη λέιζερ του μηκυσιόμετρου.

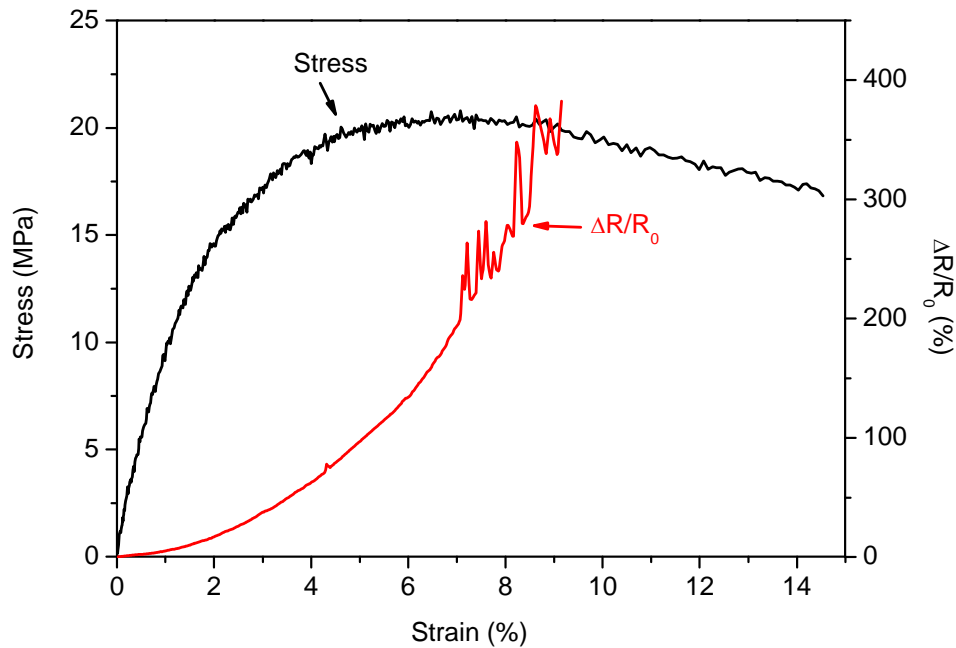
Στο παρακάτω γράφημα απεικονίζεται η καμπύλη μηχανικής τάσης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης παρόμοιου δοκιμίου από τις δοκιμές που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2 όπου φαίνεται καλύτερα η όλκιμη συμπεριφορά του υλικού.



Σχήμα 4.1. Καμπύλη τάσης-σχετικής επιμήκυνσης.

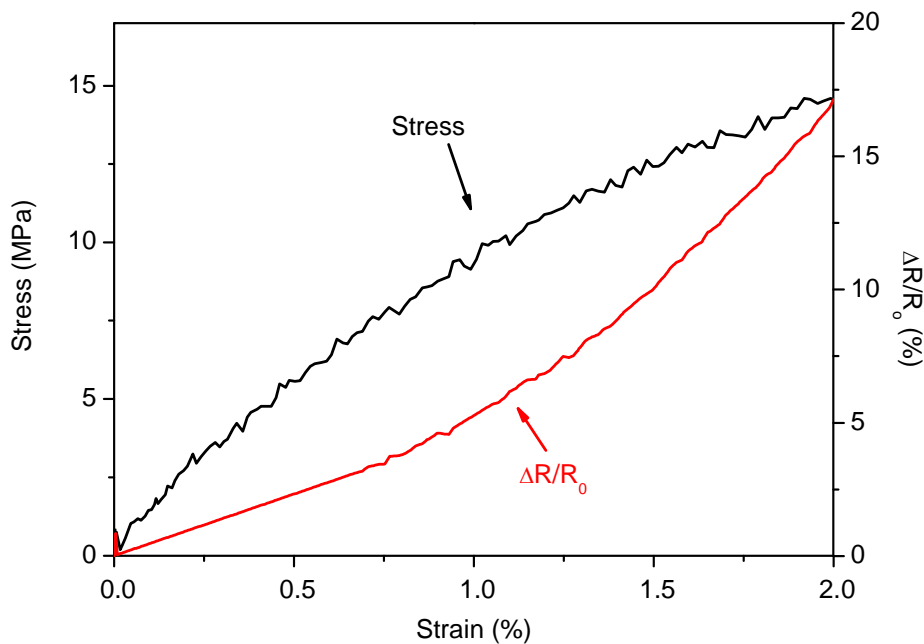
Οι παρακάτω καμπύλες είναι από το δοκίμιο που εξετάζουμε στην παράγραφο αυτή. Παρατηρούμε όλκιμη συμπεριφορά του υλικού με αντοχή να πλησιάζει τα 20 MPa και το μέτρο ελαστικότητας να ξεπερνάει το 1 GPa. Η αστοχία επέρχεται περίπου για σχετική παραμόρφωση 14 %, ενώ από την περιοχή του 1 % αρχίζει η διαρροή με τάση διαρροής 10 MPa και φορτίο διαρροής 27 N.

Στο παρακάτω διάγραμμα υπάρχουν οι καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης. Με μαύρο χρώμα απεικονίζεται η μηχανική τάση και με κόκκινο η σχετική μεταβολή της αντίστασης.



Σχήμα 4.2. Διάγραμμα μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης.

Παρατηρούμε ότι η σχετική μεταβολή της αντίστασης αυξάνεται με αυξανόμενο ρυθμό, ενώ για σχετική επιμήκυνση 9 % περίπου έχει γίνει περίπου 380 %. Κατόπιν απειρίζεται. Αν εστιάσουμε τη προσοχή μας στην περιοχή από 0 έως 2 % προκύπτει το εξής γράφημα:



Σχήμα 4.3. Διάγραμμα μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για την περιοχή επιμήκυνσης από 0 έως 2%. Με μαύρο χρώμα η τάση, και με κόκκινο η αντίσταση.

Ως προς τη μηχανική του συμπεριφορά, παρατηρούμε ότι βρίσκεται στην ελαστική περιοχή για σχετική επιμήκυνση μέχρι 1% περίπου. Όσον αφορά την σχετική μεταβολή της αντίστασης, όμως, παρατηρούμε ότι ενώ μέχρι ένα σημείο έχει γραμμική συμπεριφορά, μετά αρχίζει και μεγαλώνει με ολοένα και αυξανόμενο ρυθμό προειδοποιώντας κατά κάποιο τρόπο για την επερχόμενη μετάβαση στην πλαστική περιοχή. Με μία πρώτη εκτίμηση, όσον αφορά τις ηλεκτρικές μετρήσεις, μπορούμε να πούμε ότι το δοκίμιο προειδοποιεί τόσο για την διαρροή του όσο και για τη θραύση του. Παρατηρούμε ότι η καμπύλη αντίστασης είναι παρόμοια με αυτήν που προβλέπει το θεωρητικό μοντέλο που αναπτύσσεται στην παράγραφο 2.5.4. που αφορά τα ρεύματα σήραγγας. Δηλαδή έχουμε ένα τμήμα σχεδόν γραμμικό και με μικρή κλίση στην ελαστική περιοχή και κατόπιν έχουμε απότομη κλίση όταν αρχίζουν οι εκτεταμένες φθορές στο εσωτερικό του δοκιμίου. Στην παρακάτω φωτογραφία απεικονίζεται παρόμοιο δοκίμιο από δοκιμαστική μέτρηση όπου δεν οδηγήθηκε σε αστοχία, όπου διακρίνεται ο λαιμός που έχει δημιουργηθεί.



Εικόνα 4.3. Δοκίμιο πριν τη θραύση, όπου φαίνεται ο λαιμός που έχει δημιουργηθεί.

Στον παρακάτω πίνακα συνοψίζονται οι κυριότερες πληροφορίες.

1^ο Δοκίμιο PP με 6 %wt MWCNT				
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου				
Βάρος	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής
0.25 g	5.1 cm	3 mm	0.9 mm	2.7 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό				
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Απόσταση Μεταξύ Γειτονικών Επαφών
4	3 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm
Ταχύτητα Μετατόπισης		0.6 mm/min	Μέγιστο Φορτίο	54 N
Τάση Διαρροής		10 MPa	Φορτίο Διαρροής	27 N
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Παραμόρφωση Στη Διαρροή	Παραμόρφωση Στη Θραύση
Όλκιμη	20 MPa	1 GPa	1 %	14 %
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης Πριν Τον Απειρισμό
Διαμήκης 4 Επαφών	500 ΚΩ	0.1 mA	Τάση	380 %

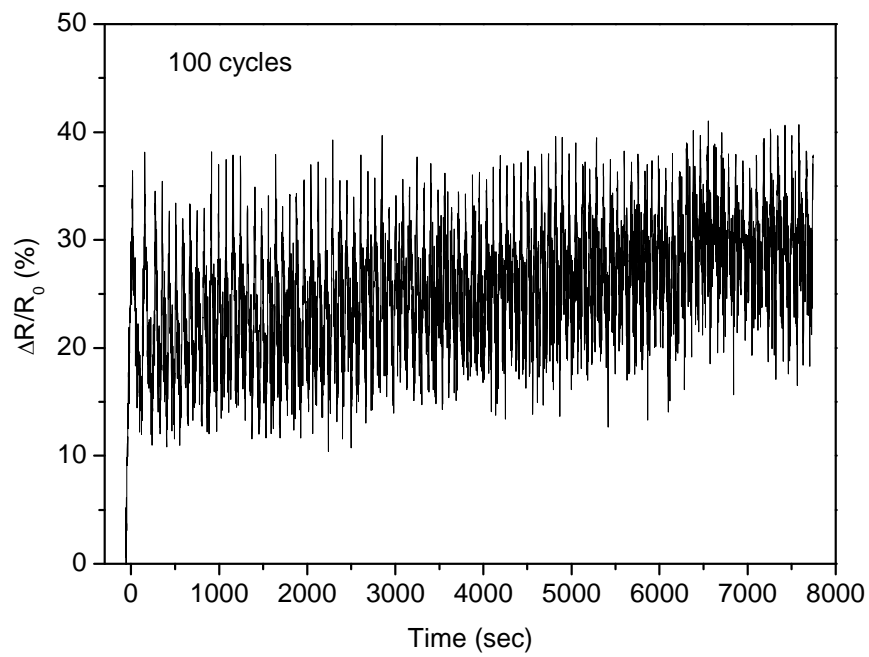
Πίνακας 4.2. Μετρήσεις του πρώτου δοκιμίου με νανοσωλήνες άνθρακα.

4.1.2. Δεύτερο Δοκίμιο PP με MWCNT και Κυκλική Φόρτιση

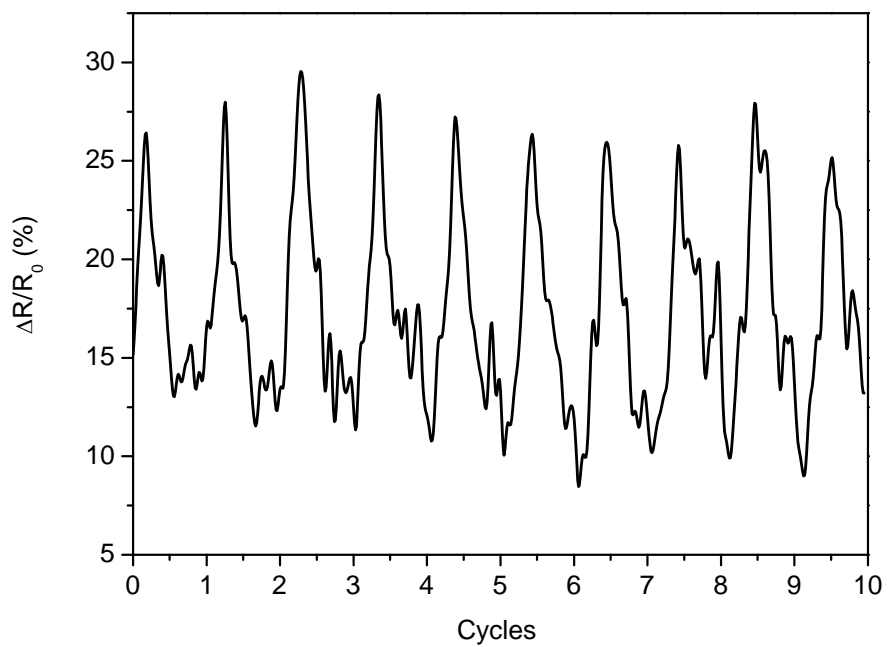
Το δοκίμιο αυτό αποτελείται από μήτρα από πολυπροπυλένιο και έγκλεισμα νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος σε ποσοστό 6 % κατά βάρος. Το πείραμα είναι παρόμοιο με το προηγούμενο, μόνο που τώρα η φόρτιση είναι κυκλική. Συνολικά υποβλήθηκε σε 100 κύκλους εφελκυστικής φόρτισης και αποφόρτισης με παράλληλη μέτρηση της αντίστασης. Οι διαστάσεις του και τα λοιπά χαρακτηριστικά είναι όμοια με πριν. Η διαμήκης αντίσταση μετριόταν με 4 επαφές, επίσης. Η μέγιστη φόρτιση που του επιβαλλόταν ήταν η ίδια για κάθε κύκλο και ήταν 40 N. Δηλαδή το δοκίμιο καταπονήθηκε 100 φορές μεταξύ 0 και 40 N ή 0 και περίπου 14.8 MPa. Η ταχύτητα επιβολής μετατόπισης ήταν $1 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$. Μετά το τέλος του πειράματος μετρήθηκε η αντοχή του σε εφελκυσμό με ταχύτητα επιβολής παραμόρφωσης $0.6 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$.

Δυστυχώς λόγω τεχνικού προβλήματος δεν ήταν εφικτό να παρθούν οι μετρήσεις των μηχανικών μεγεθών ηλεκτρονικά για να γίνει το διάγραμμα τάσης παραμόρφωσης, αλλά, όπως προέκυψε από τις ενδείξεις του πίνακα ελέγχου της Instron, βρέθηκε ότι η αντοχή του ήταν μικρότερη από αυτή του προηγούμενου δοκιμίου που ήταν ίδιο, αλλά δεν είχε επιπονηθεί με κόπωση. Συγκεκριμένα το μέγιστο φορτίο που μετρήθηκε κατά το δεύτερο πείραμα ήταν 46 N, δηλαδή αντοχή 17 MPa. Κατόπιν έπεσε γύρω στα 36 N, που αντιστοιχεί σε τάση 13.3 MPa, όπου και παρέμεινε για αρκετό χρόνο μέχρι τη θραύση. Παρατηρούμε, δηλαδή, σχεδόν παρόμοια συμπεριφορά με το προηγούμενο, το οποίο όμως είχε μεγαλύτερη αντοχή, 20 MPa, γιατί δεν είχε επιπονηθεί προηγουμένως με κυκλική φόρτιση.

Στα παρακάτω σχήματα φαίνεται το γράφημα της τάσης και της σχετικής μεταβολής της αντίστασης ως προς το χρόνο καθώς και 10 κύκλοι ενδεικτικά.



Σχήμα 4.4. Διάγραμμα 100 κύκλων.



Σχήμα 4.5. Ενδεικτικά 10 κύκλοι από τους 100.

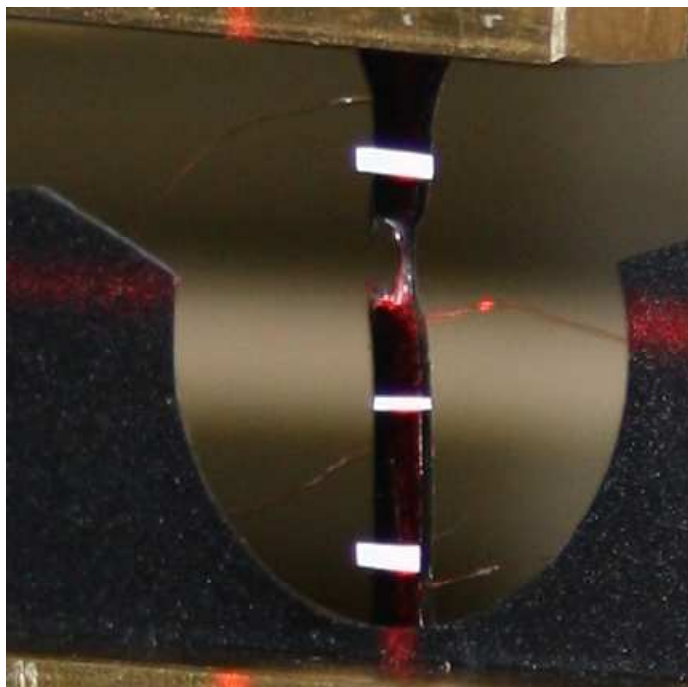
Παρατηρούμε καλή επαναληψιμότητα των μετρήσεων με ελαφρά ανοδική πορεία, πράγμα που είναι φυσιολογικό, καθότι το υλικό υφίσταται κόπωση με την πρόοδο των κύκλων. Γι' αυτό και η μειωμένη αντοχή στο δεύτερο πείραμα που ακολούθησε. Η σχετική μεταβολή της αντίστασης κυμαινόταν μεταξύ 15 και 40 %. Παρατηρούμε μετά από τον πρώτο κύκλο μη επαναφορά της αντίστασης στις αρχικές τιμές. Οφείλεται στο ότι η φόρτιση περιελάμβανε και τη περιοχή διαρροής του δοκιμίου, οπότε αυτή η αύξηση οφείλεται σε μόνιμη παραμόρφωση, δηλαδή μη αναστρέψιμη φθορά του δοκιμίου. Δυστυχώς λόγω της βλάβης του εξοπλισμού δεν ήταν δυνατό να υπάρχουν δεδομένα παραμόρφωσης και μηχανικής τάσης, παρά μόνο το ότι η τάση κυμάνθηκε μεταξύ 0 και 15 MPa περίπου. Λόγω έλλειψης δοκιμών δεν ήταν εφικτό να επαναληφθεί το πείραμα.

Ακολουθεί ο αντίστοιχος πίνακας.

2^ο Δοκίμιο PP με 6 %wt MWCNT				
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου				
Βάρος	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής
0.25 g	5.1 cm	3 mm	0.9 mm	2.7 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό				
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών
4	3 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm
Ρυθμός Επιβολής Μετατόπισης		1 mm/min 100 κύκλοι	Εύρος Κύκλων	0-40 N 0-14.8 MPa
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέγιστο Φορτίο	Αντοχή Προηγούμενου Δοκιμίου	Μέγιστο Φορτίο Προηγούμενου Δοκιμίου
Όλκιμη	17 MPa	46 N	20 MPa	54 N
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης
Διαμήκης 4 Επαφών	630 KΩ	0.1 mA	Τάση	15-40 %

Πίνακας 4.3. Μετρήσεις κυκλικής φόρτισης του δεύτερου δοκιμίου με νανοσωλήνες άνθρακα.

Παρακάτω ακολουθεί μία φωτογραφία που δείχνει πως έχει εξελιχθεί ο λαιμός που έχει σχηματιστεί στο δοκίμιο καθώς πλησιάζει στη θραύση του.



Εικόνα 4.4. Η εξέλιξη του λαιμού στο δοκίμιο σε επιφάνεια θραύσης. Στιγμιότυπο λίγο πριν τη θραύση.

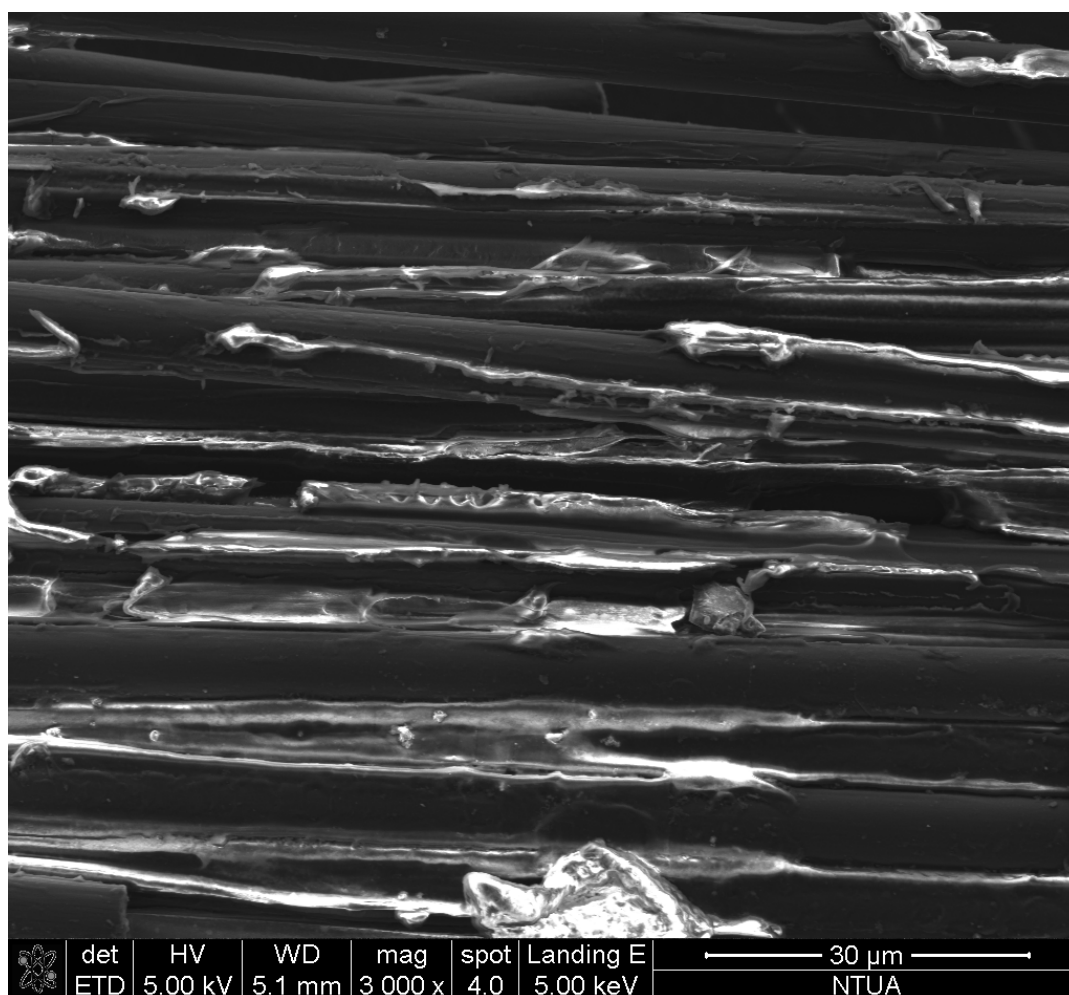
4.2. Δοκίμια από Πολυαιθερ-Αιθερ-Κετόνη (PEEK) και Ανθρακονήματα (CF)

Εδώ παρατίθενται τα αποτελέσματα από τις μετρήσεις των δοκιμών από πολυαιθερ-αιθερ-κετόνη και ανθρακονήματα σε ποσοστό 55 %. Όλα τα δοκίμια είχαν μήκος 6 cm, πλάτος 6 mm και πάχος 0.15 mm. Στα άκρα τους για καλύτερη αγκύρωση είχαν τοποθετηθεί taps διαστάσεων $6 \times 10 \text{ mm}^2$ από το ίδιο υλικό. Οι ηλεκτρικές επαφές είχαν δημιουργηθεί με εναπόθεση χρυσού πάχους 60 nm. Οι διαστάσεις των επαφών χρυσού ήταν $6 \times 1.35 \text{ mm}^2$ για τα δοκίμια που προορίζονταν για τη μέτρηση της διαμήκου αντίστασης και απείχαν μεταξύ τους 6 mm. Για τα υπόλοιπα οι ηλεκτρικές επαφές ήταν κυκλικές διαμέτρου 2.35 mm και απείχαν μεταξύ τους 8 mm. Τα μήκη για τις μεταξύ τους αποστάσεις μετρώνται από το μέσο των λωρίδων χρυσού ή από τα κέντρα των κύκλων, αντίστοιχα. Το βάρος των δοκιμών χωρίς τα taps ήταν περίπου 0.0788 g, ενώ με τα taps και την κόλλα ήταν

περίπου 0.23 με 0.24 g. Η ταχύτητα μετατόπισης των αρπαγών της Instron ήταν $0.4 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$.

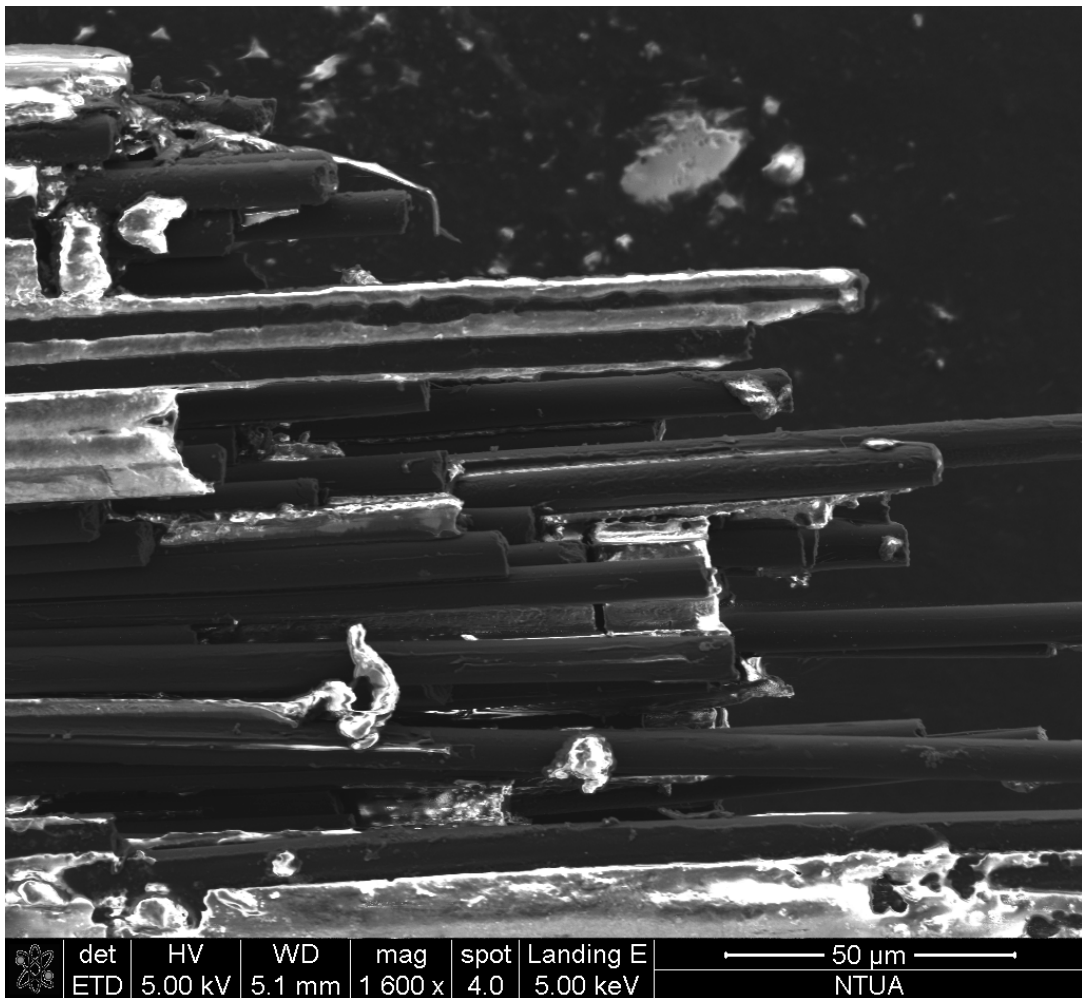
Τα δοκίμια αυτά έδειξαν πολύ μικρότερη ηλεκτρική αντίσταση από τα προηγούμενα, είχαν μεγαλύτερη αντοχή, μεγαλύτερο μέτρο ελαστικότητας και ψαθυρή συμπεριφορά. Η θραύση επερχόταν σε αρκετά μικρότερη σχετική επιμήκυνση, αλλά για μεγαλύτερη μηχανική τάση λόγω του πολύ μεγαλύτερου μέτρου ελαστικότητας.

Οι παρακάτω εικόνες είναι από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) για δευτερογενή ηλεκτρόνια όπου φαίνονται οι ίνες ενός τέτοιου δοκιμίου.



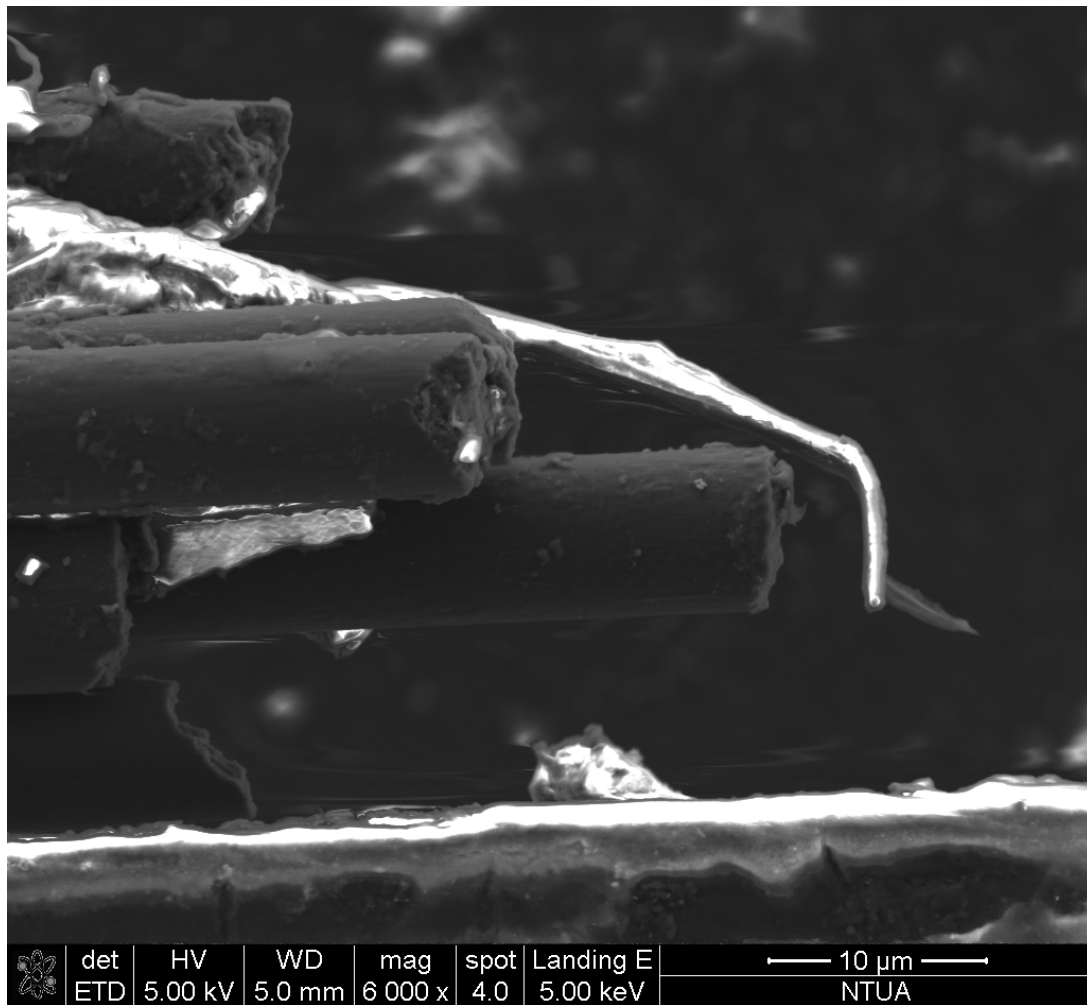
Εικόνα 4.5. Εικόνα από SEM δευτερογενών ηλεκτρονίων των ινών δοκιμίου ΡΕΕΚ με ανθρακονήματα. Με άσπρο χρώμα διακρίνεται η μήτρα ΡΕΕΚ.

Στην παρακάτω εικόνα βλέπουμε το ίδιο δοκίμιο στο σημείο της θραύσης του.



Εικόνα 4.6. Εικόνα από SEM δευτερογενών ηλεκτρονίων της θραύσης των ινών του δοκιμίου με ανθρακονήματα. Με λευκό χρώμα είναι η μήτρα.

Στην παρακάτω εικόνα βλέπουμε το σημείο θραύσης του σε μεγέθυνση.



Εικόνα 4.7. Το σημείο θραύσης σε μεγέθυνση. Διακρίνεται η επιφάνεια θραύσης μίας ίνας.

Παρακάτω ακολουθεί ο συγκεντρωτικός πίνακας των δοκιμών PEEK με ανθρακονήματα.

Πίνακας Δοκιμών PEEK με 55 % CF					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμών					
Μέσο Βάρος	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	4 Taps
0.235 g	6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	6x10 mm ²
Εφελκυσμός Μέχρι τη Θραύση					
Δοκίμιο 1	Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης				
Δοκίμιο 2	Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης				
Δοκίμιο 3	Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης				
Δοκίμιο 4	Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης				
Δοκίμιο 5	Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης				
Δοκίμιο 6	Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης				
Δοκίμιο 7	Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης με Διαγώνια Τοποθέτηση των Ηλεκτροδίων				
Δοκίμιο 8	Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης με Διαγώνια Τοποθέτηση των Ηλεκτροδίων				

Πίνακας 4.4. Πίνακας Δοκιμών από PEEK με CF.

4.2.1. Δοκίμια για Μέτρηση Διαμήκουσ Αντίστασης

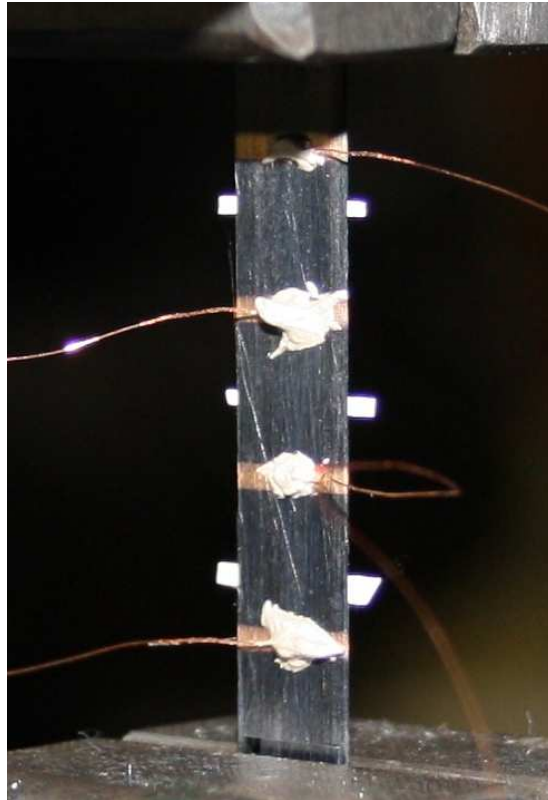
Εξετάστηκαν 3 δοκίμια των οποίων η συνδεσμολογία ήταν παρόμοια με αυτή των προηγούμενων δοκιμών. Δηλαδή έγιναν μετρήσεις 4 επαφών (four wire sensing), όπου στις δύο ακριανές είχε εφαρμοστεί σταθερό ρεύμα 100 mA και στις δύο μεσαίες γινόταν μέτρηση τάσης. Το μετρητικό έδινε κατευθείαν τιμές ωμικής αντίστασης.

Στην παρακάτω εικόνα φαίνεται η συνδεσμολογία αυτών των δοκιμών.



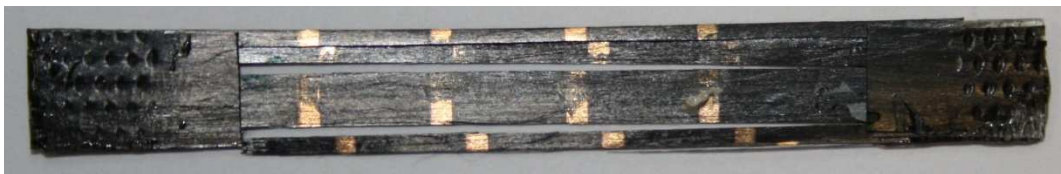
Εικόνα 4.8. Συνδεσμολογία των δοκιμών PEEK με ανθρακονήματα για μετρήσεις διαμήκουσ αντίστασης.

Παρακάτω ακολουθεί μία φωτογραφία του δοκιμίου στις αρπάγες της μηχανής εφελκυσμού.



Εικόνα 4.9. Το δοκίμιο για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης τοποθετημένο στις αρπάγες της Instron.

Στις παρακάτω εικόνες φαίνεται το δοκίμιο μετά τη θραύση.

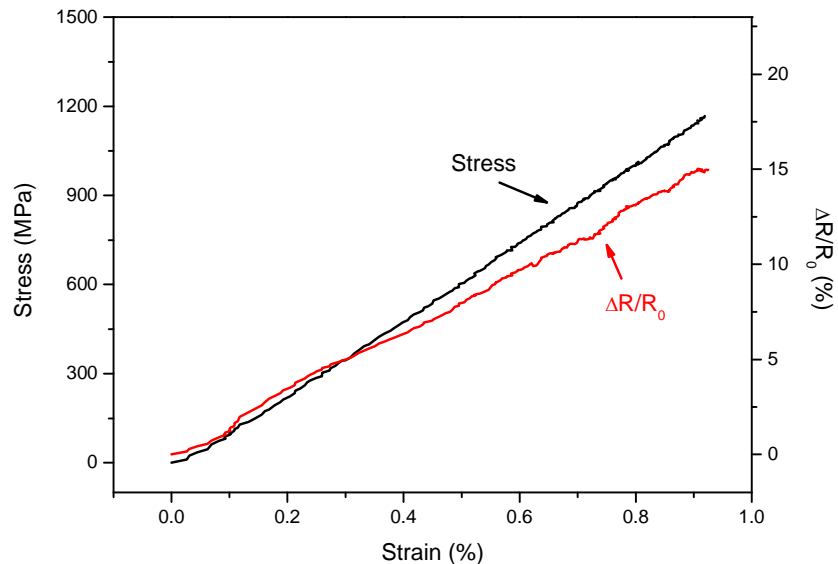


Εικόνα 4.10. Το δοκίμιο μετά τη θραύση.

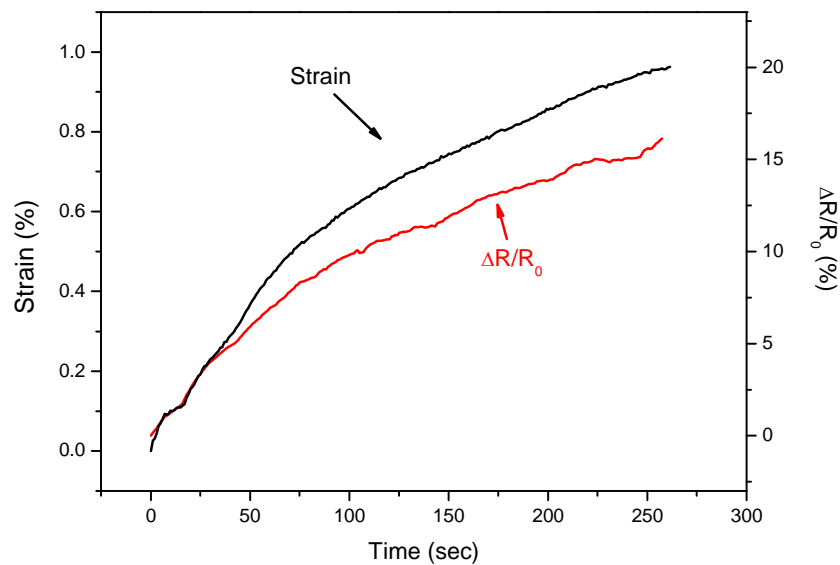
Παρατηρούμε ότι αυτό το υλικό δεν σπάει σε μία διατομή, αλλά σε πολλά σημεία.

4.2.1.1. Πρώτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης

Παρακάτω παρατίθενται τα αποτελέσματα από το πρώτο δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με μετρήσεις διαμήκους αντίστασης.



Σχήμα 4.6. Διάγραμμα μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το πρώτο δοκίμιο. Με κόκκινο χρώμα η αντίσταση και με μαύρο η τάση.



Σχήμα 4.7. Διάγραμμα σχετικής επιμήκυνσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει του χρόνου για το πρώτο δοκίμιο.

Παρατηρούμε ότι η σχετική μεταβολή της αντίστασης έφτασε μέχρι 15 % περίπου πριν απειρισθεί λόγω θραύσης, το μέτρο ελαστικότητας τα 122 GPa περίπου και η τάση τα 1150 MPa περίπου για σχετική επιμήκυνση 0.91 %. Η συμπεριφορά του είναι ψαθυρή και η μεταβολή της σχετικής μεταβολή της αντίστασης είναι ανάλογη της σχετικής επιμήκυνσης, περίπου ευθεία γραμμή. Ωστόσο, εδώ δεν παρατηρούμε κάποια προειδοποίηση για την επερχόμενη θραύση, όπως γινόταν με τα δοκίμια με τους νανοσωλήνες. Δηλαδή η αντίσταση παρακολουθεί την σχετική επιμήκυνση χωρίς να κάνει κάτι που θα μας οδηγούσε στο συμπέρασμα ότι πλησιάζουμε στην αστοχία, όπως γινόταν με τα προηγούμενα δοκίμια όπου αυξανόταν ο ρυθμός αύξησης της αντίστασης πριν τη διαρροή.

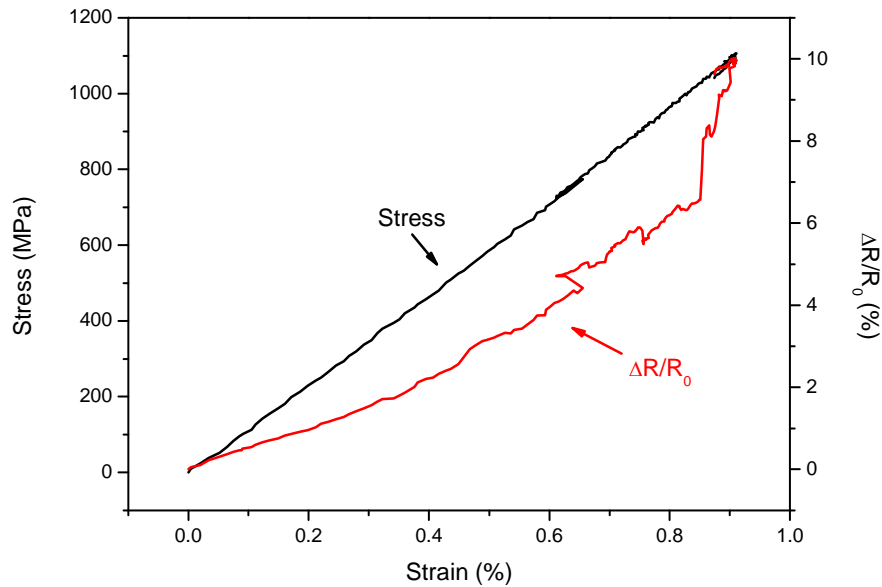
Παρακάτω ακολουθεί ο αντίστοιχος πίνακας.

1^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών	
4	6 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Των Αρπαγών Της Instron			0.4 mm/min		
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1150 MPa	122 GPa	0.91 %	1035 N	261 sec
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετική Μεταβ. της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Διαμήκης 4 Επαφών	0.534 Ω	15 %	100 mA	Τάση	Keithley 2400

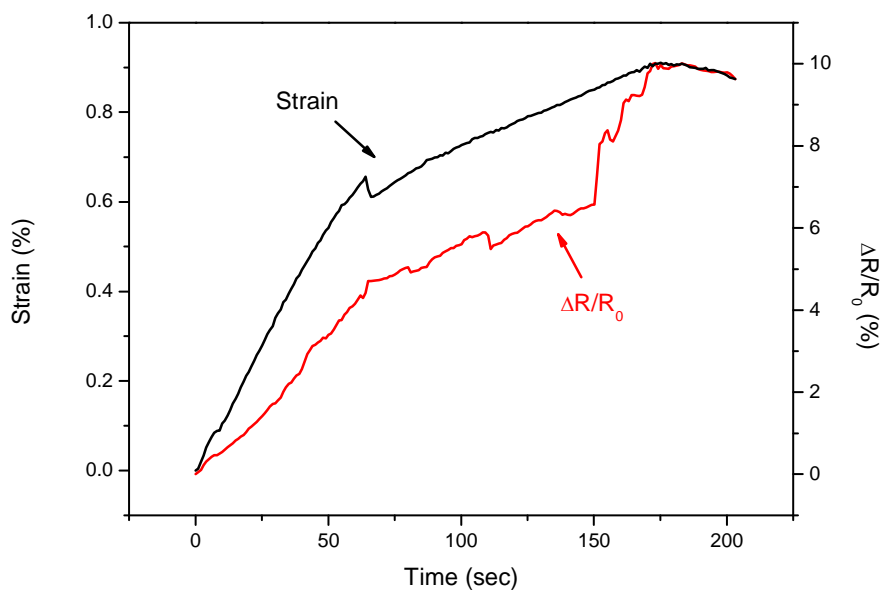
Πίνακας 4.5. Αποτελέσματα μετρήσεων διαμήκους αντίστασης για το πρώτο δοκίμιο PEEK με CF.

4.2.1.2. Δεύτερο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκου Αντίστασης

Παρακάτω ακολουθούν τα αποτελέσματα για το δεύτερο δοκίμιο.



Σχήμα 4.8. Καμπύλες τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το δεύτερο δοκίμιο.



Σχήμα 4.9. Καμπύλες σχετικής επιμήκυνσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει του χρόνου για το δεύτερο δοκίμιο.

Παρατηρούμε παρόμοια μηχανική συμπεριφορά με ψαθυρή θραύση και αντοχή να πλησιάζει τα 1100 MPa για 0.9 % σχετική επιμήκυνση και μέτρο ελαστικότητας 122 GPa περίπου. Όσον αφορά την ηλεκτρική του συμπεριφορά παρατηρούμε λίγο διαφορετική καμπύλη από πριν ως προς τη μορφή. Δεν είναι τελείως ευθεία, έχει διακυμάνσεις από ένα σημείο και μετά και η σχετική μεταβολή της αντίστασης στη θραύση είναι περίπου 10 %.

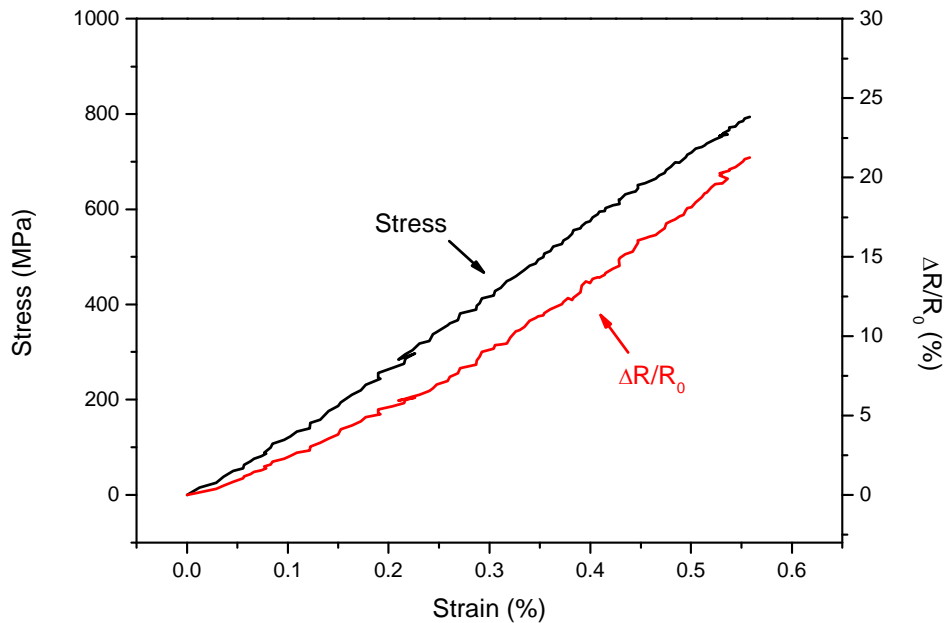
Παρακάτω ακολουθεί ο αντίστοιχος πίνακας.

2^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών	
4	6 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Των Αρπαγών Της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1100 MPa	122 GPa	0.90 %	990 N	202 sec
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Διαμήκης 4 Επαφών	0.427 Ω	10 %	100 mA	Τάση	Keithley 2400

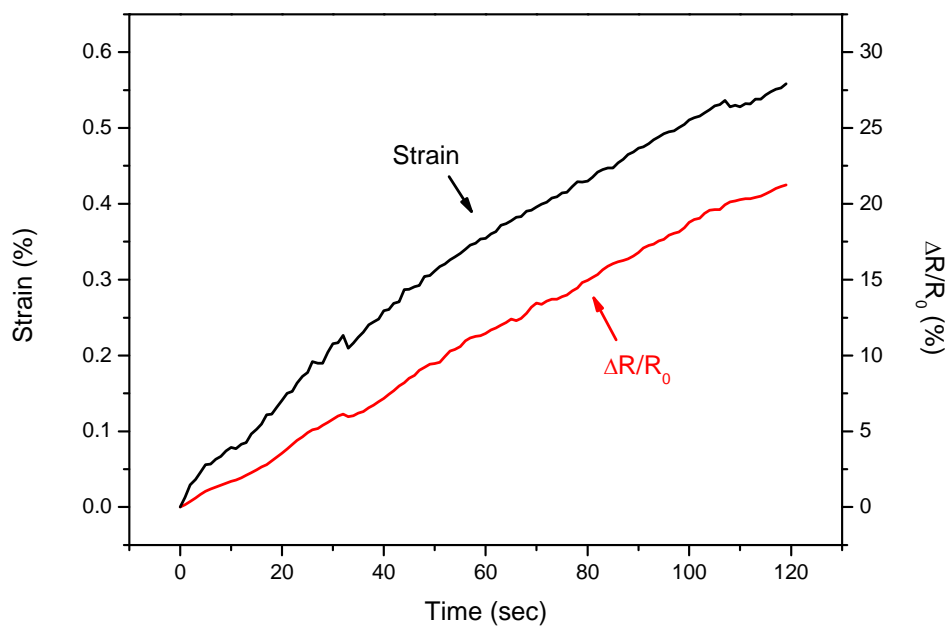
Πίνακας 4.6. Αποτελέσματα για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης για το δεύτερο δοκίμιο PEEK με CF.

4.2.1.3. Τρίτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης

Ομοίως και για το τρίτο δείγμα.



Σχήμα 4.10. Καμπύλες τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το τρίτο δοκίμιο.



Σχήμα 4.11. Καμπύλες σχετικής επιμήκυνσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει του χρόνου για το τρίτο δοκίμιο.

Και εδώ παρατηρούμε παρόμοια μηχανική συμπεριφορά με αντοχή 800 MPa περίπου για σχετική επιμήκυνση 0.56 % περίπου στην θραύση και μέτρο ελαστικότητας 142 GPa περίπου. Εδώ η αντοχή είναι λίγο μικρότερη, αλλά το μέτρο ελαστικότητας λίγο μεγαλύτερο. Η σχετική μεταβολή της αντίστασης ήταν περίπου 22 % στη θραύση και η πορεία της είναι ίδια περίπου με αυτή του πρώτου δοκιμίου.

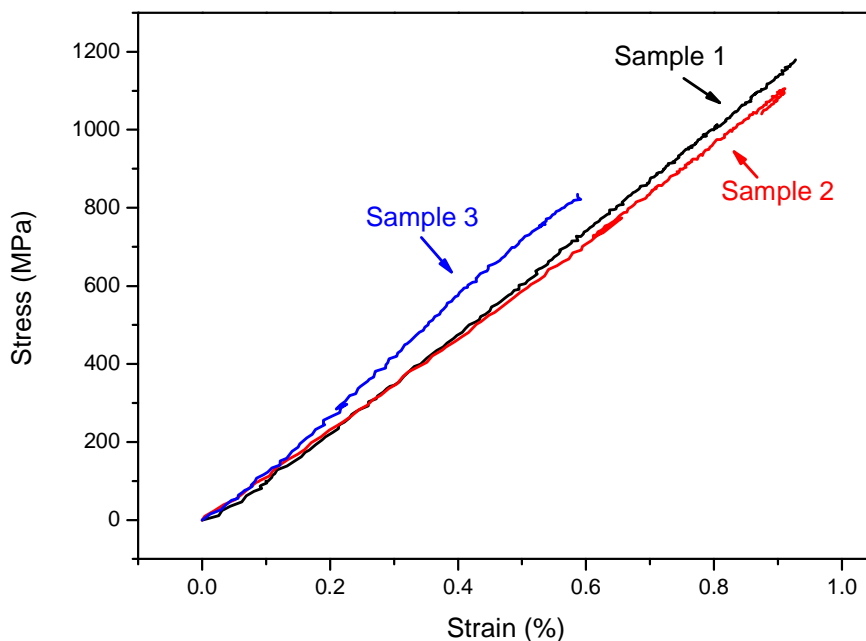
Ακολουθεί ο αντίστοιχος πίνακας.

3^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Διαμήκους Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών	
4	6 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Των Αρπαγών Της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	800 MPa	142 GPa	0.56 %	720 N	119 sec
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Διαμήκης 4 Επαφών	0.952 Ω	22 %	100 mA	Τάση	Keithley 2400

Πίνακας 4.7. Αποτελέσματα μετρήσεων διαμήκους αντίστασης για το τρίτο δοκίμιο PEEK με CF.

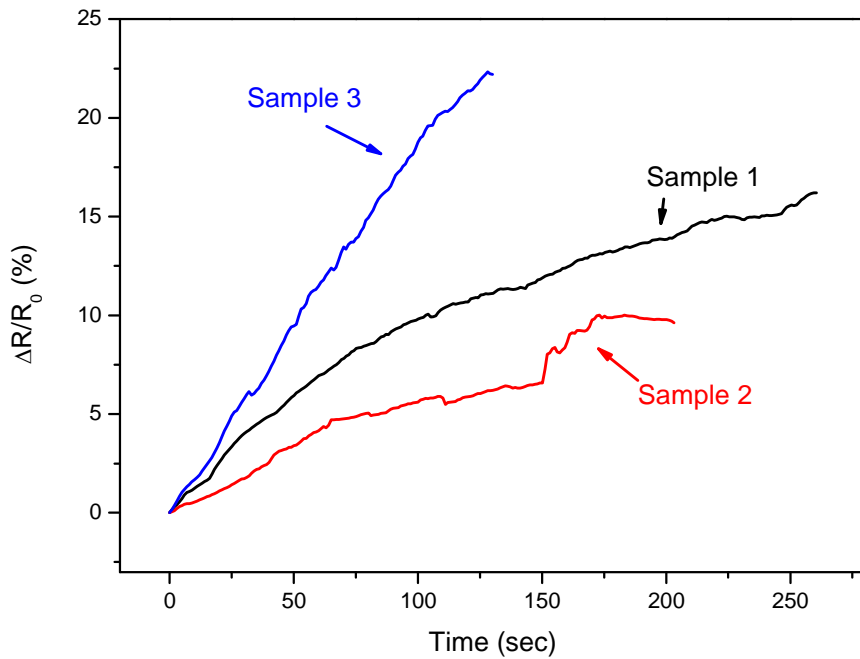
4.2.1.4. Σύγκριση Αποτελεσμάτων για τα 3 Δοκίμια από ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Διαμήκους Αντίστασης

Παρακάτω ακολουθούν συγκριτικά διαγράμματα για τη συμπεριφορά των τριών δοκιμίων ΡΕΕΚ με ανθρακονήματα για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης.

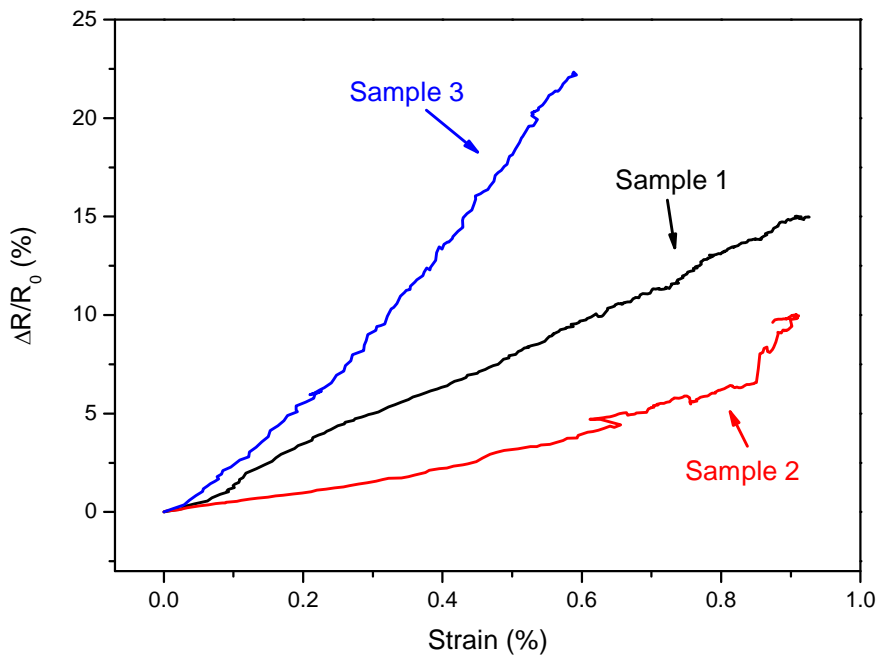


Σχήμα 4.12. Διαγράμματα τάσης-σχετικής επιμήκυνσης και για τα 3 δοκίμια ΡΕΕΚ με CF για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης.

Παρατηρούμε σχεδόν παρόμοια συμπεριφορά με το τρίτο δείγμα να ξεφεύγει λίγο από τα υπόλοιπα, αλλά με μικρή απόκλιση. Η αντοχή του είναι μικρότερη από αυτή των υπολοίπων. Γενικά μπορούμε να πούμε ότι και τα τρία δοκίμια παρουσιάζουν παρόμοια μηχανική συμπεριφορά.



Σχήμα 4.13. Διαγράμματα σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει του χρόνου και για τα 3 δοκίμια PEEK με CF για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης.



Σχήμα 4.14. Διαγράμματα σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής μετατόπισης και για τα 3 δοκίμια PEEK με CF για μετρήσεις διαμήκους αντίστασης.

Εδώ παρατηρούμε ότι ποιοτικά και τα τρία έχουν αύξουσα πορεία παρακολουθώντας τη πορεία της σχετικής επιμήκυνσης, αλλά ποσοτικά υπάρχουν διαφοροποιήσεις, κυρίως όσον αφορά το τρίτο δοκίμιο. Βέβαια αυτό ίσως εξηγείται και από το ότι έσπασε πιο γρήγορα από τα άλλα, δηλαδή εξάντλησε πιο γρήγορα την αντοχή του, γι' αυτό αυξήθηκε η αντίσταση πιο απότομα. Επίσης το δεύτερο δείγμα παρουσίασε μία έντονα ανοδική πορεία πλησιάζοντας στη θραύση.

Ακολουθεί ο συγκεντρωτικός πίνακας 4.8. για τα τρία δοκίμια με μετρήσεις διαμήκους αντίστασης, όπου για τους υπολογισμούς των στατιστικών μεγεθών έχω ότι [34] ο μέσος όρος υπολογίστηκε από τον τύπο

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \quad (4.1)$$

η τυπική απόκλιση από τον τύπο

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (4.2)$$

και το τυπικό σφάλμα από τον τύπο

$$SE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (4.3)$$

όπου n είναι ο αριθμός των δοκιμών, ή των μετρήσεων στην περίπτωση που έχουμε πολλές ανεξάρτητες μετρήσεις σε ένα δοκίμιο, και x_i είναι η τιμή της i -οστής μέτρησης του μεγέθους x .

Δοκίμια PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Διαμήκου Αντίστασης							
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμών							
Συμπεριφορά	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	4 Taps		
Ψαθυρή	6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	6x10mm ²		
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών από Χρυσό							
Αριθμός Επαφών	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών			
4	6 mm	1.35 mm	60 nm	6 mm			
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4mm/min			
Ένταση Σταθερού Ρεύματος		Μέτρηση		Μετρητικό			
100 mA		Τάση		Keithley 2400			
Μέγεθος	MM	1° Δοκίμιο	2° Δοκίμιο	3° Δοκίμιο	Μέσος Όρος	Τυπική Απόκλιση	Τυπικό Σφάλμα
Αντοχή	MPa	1150	1100	800	1017	189	109
Μέτρο Ελαστικότητας	GPa	122	122	142	129	12	7
Σχετική Επιμήκυνση στη Θραύση	%	0.91	0.9	0.56	0.79	0.2	0.12
Μέγιστο Φορτίο	N	1035	990	720	915	170	98
Διάρκεια Πειράματος	sec	261	202	119	194	71	41
Αρχική Αντίσταση	Ω	0.534	0.427	0.952	0.638	0.277	0.16
Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης	%	15	10	22	16	6	3

4.2.2. Δοκίμια για Μέτρηση της Εγκάρσιας Αντίστασης

Σε τρία δοκίμια από PEEK με ανθρακονήματα μετρήθηκε η εγκάρσια αντίσταση. Στα δύο πρώτα δοκίμια έγιναν 2 ανεξάρτητες μετρήσεις σε δύο διαφορετικά σημεία, οπότε συνολικά υπάρχουν 4 μετρήσεις. Στο τρίτο με ίδιες επαφές με τα άλλα δύο μετρήθηκε η αντίσταση στο μέσο του.

Οι επαφές για αυτά τα δοκίμια είναι κυκλικές διαμέτρου 2.35 mm και πάχους 60 nm. Οι αποστάσεις μεταξύ των κέντρων γειτονικών επαφών είναι 8 mm. Όμως σε όσα οι μεσαίες επαφές δεν χρησιμοποιήθηκαν, αλλά μόνο οι δύο ακριανές από κάθε όψη, η απόσταση των δύο επαφών σε κάθε όψη είναι 16 mm.

Άρα έχουμε σε κάθε δοκίμιο έχουμε 6 επαφές χρυσού από τις οποίες οι 4 χρησιμοποιήθηκαν. Οι 4 επαφές βρίσκονται από 2 σε κάθε όψη του δοκιμίου. Για κάθε επαφή στην μπροστινή όψη αντιστοιχεί και μία στην πίσω όψη και ευθυγραμμισμένη ακριβώς από πίσω της. Έτσι το κάθε ζευγάρι επαφών αποτελούν ένα «σάντουιτς» με το δοκίμιο να είναι ανάμεσά τους. Συνεπώς, το πάχος του κάθε «σάντουιτς» είναι όσο και αυτό του δοκιμίου, δηλαδή 0.15 mm και η απόσταση του ενός «σάντουιτς» από το άλλο είναι 16 mm. Κολλώντας τα δύο ηλεκτρόδια των μετρητικών ένα στην μπροστινή και ένα στην αντίστοιχη της από πίσω, έχουμε την μέτρηση της εγκάρσιας αντίστασης του υλικού (through thickness resistivity) με μέτρηση δύο επαφών (two wire sensing) και όχι τεσσάρων (four wire sensing) όπως είχαμε στα προηγούμενα δοκίμια.

Η συνδεσμολογία αυτών των δύο δοκιμίων έχει ως εξής. Κολλήθηκαν ηλεκτρόδια στις 4 επαφές, δύο σε κάθε πλευρά και έτσι είχαμε σε κάθε δοκίμιο 2 ανεξάρτητες μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης, μία μέτρηση στο άνω άκρο και μία στο κάτω. Οι όροι άνω και κάτω αναφέρονται στο πως ήταν αγκυρωμένο το δοκίμιο στην Instron και δεν έχουν να κάνουν με τις επαφές αυτές καθαυτές, καθότι είναι συμμετρικές. Έτσι υπήρχε ένα ηλεκτρόδιο στο άνω μπροστινό άκρο του δοκιμίου και ένα ακριβώς από πίσω του για να μετράει την εγκάρσια αντίσταση. Ομοίως άλλο ένα ζεύγος ηλεκτροδίων για το κάτω άκρο. Συνεπώς εδώ ήταν δύσκολο για κάθε ζώνη να γίνονται μετρήσεις 4 επαφών, οπότε είχαμε ταυτόχρονα δύο ανεξάρτητες μετρήσεις δύο επαφών (two wire sensing), μία κοντά στην πάνω άκρη του δοκιμίου και μία κοντά στην κάτω. Στη παρακάτω εικόνα δείχνεται αυτή η συνδεσμολογία.



Σχήμα 4.15. Συνδεσμολογία των δοκιμών PEEK με ανθρακονήματα για τις μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης.

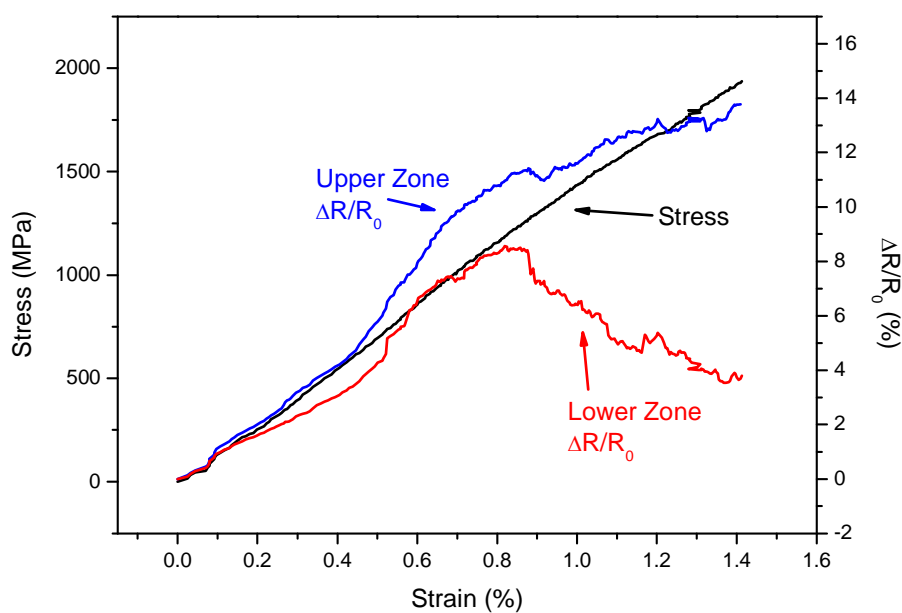
Στις προκαταρκτικές μετρήσεις που έγιναν διαπιστώθηκε ότι η ύπαρξη δύο πηγών ταυτόχρονα σε τέτοια απόσταση μεταξύ τους δεν δημιουργεί ιδιαίτερα προβλήματα ή σφάλματα. Δηλαδή με ενεργοποίηση ή απενεργοποίηση της μίας πηγής, παρατηρούσαμε ότι ελάχιστα επηρεαζόταν η τάση στα άκρα της άλλης. Ομοίως με την λειτουργία μόνο της μίας πηγής στο ένα άκρο, η τάση στις επαφές του άλλου άκρου ήταν πολύ μικρή. Αυτές οι προκαταρκτικές δοκιμές επαναλήφθηκαν πολλές φορές και με διάφορους συνδυασμούς εντάσεων και πολικότητας. Βρέθηκε ότι για ίδιες τιμές ρεύματος και στις δύο πηγές, η αλληλεπίδραση ήταν μικρή. Για διαφορετικές τιμές ήταν λίγο μεγαλύτερη, αλλά πάλι μικρή.

Δηλαδή βλέπουμε αμελητέα αλληλεπίδραση μεταξύ των δύο πηγών, με αποτέλεσμα πρακτικά η μία μέτρηση να μην επηρεάζει την άλλη. Άρα μπορούμε να πούμε ότι οι δύο μετρήσεις είναι ανεξάρτητες μεταξύ τους, απλά γίνονται στο ίδιο δοκίμιο. Επίσης από τις προκαταρκτικές δοκιμές είχε βρεθεί ότι η καμπύλη μηχανικής τάσης-σχετικής επιμήκυνσης σε διάφορες ζώνες του δοκιμίου είναι ταυτόσημες, και ομοίως οι καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής συναρτήσεως του χρόνου σε διάφορες ζώνες, οπότε δεν τίθεται ζήτημα ανομοιογενούς κατανομής των παραμορφώσεων ή των μηχανικών τάσεων μεταξύ των δύο μετρούμενων ζωνών.

Έτσι αποφασίστηκε τα πειράματα να γίνουν με αυτή τη συνδεσμολογία που περιγράφηκε παραπάνω και με ένταση ρεύματος 10 mA.

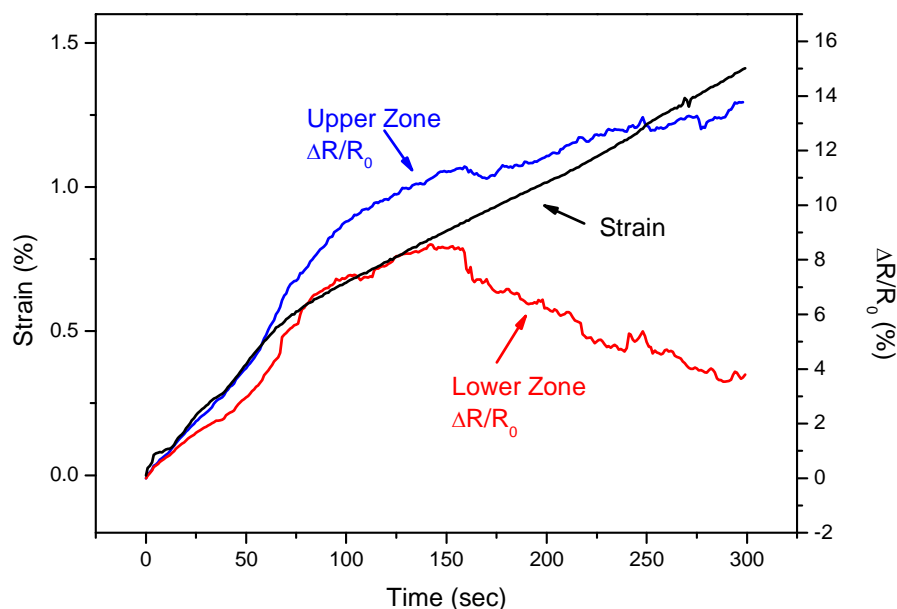
4.2.2.1. Πρώτο Δοκίμιο PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης

Τα αποτελέσματα για το πρώτο δείγμα είναι τα εξής, όπου οι μαύρες καμπύλες αφορούν τα μηχανικά μεγέθη και οι έγχρωμες τα ηλεκτρικά.



Σχήμα 4.16. Καμπύλες τάσης (με μαύρο χρώμα) και σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων (έγχρωμες) συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το πρώτο δοκίμιο.

Και ομοίως ως προς το χρόνο.



Σχήμα 4.17. Καμπύλες σχετικής επιμήκυνσης (με μαύρο χρώμα) και σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων (έγχρωμες) συναρτήσει του χρόνου για το πρώτο δοκίμιο.

Εδώ η συμπεριφορά παρουσιάζει ενδιαφέρον. Κατ' αρχήν η μηχανική συμπεριφορά του δοκιμίου είναι κοντά σε αυτή των προηγούμενων, αν και η αντοχή τους και το μέτρο ελαστικότητάς τους είναι μεγαλύτερα, 1936 MPa και 147 GPa αντίστοιχα, καθώς και η σχετική επιμήκυνση κατά τη θραύση, 1.41 %.

Ωστόσο, ενώ στο ένα άκρο η σχετική μεταβολή της αντίστασης φτάνει στο 13.7 % στη θραύση, ποσό που είναι παρόμοιο και με τις διαμήκεις αντιστάσεις των προηγούμενων δοκιμίων, στο άλλο άκρο παρατηρούμε ένα μέγιστο 8.6 % για σχετική επιμήκυνση περίπου 0.82 % και κατόπιν μειώνεται για να φτάσει στο 3 % στη θραύση. Αυτή η συμπεριφορά δεν έχει συναντηθεί σε άλλο δοκίμιο ούτε με διαμήκεις ούτε με εγκάρσιες μετρήσεις. Όμως είχε συναντηθεί σε ένα δοκίμιο PEEK με CF κατά τις δοκιμαστικές μετρήσεις που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2., αλλά εκείνο το δοκίμιο έδειξε όλκιμη συμπεριφορά και όχι ψαθυρή, οπότε η αιτία μπορεί να είναι διαφορετική. Μάλιστα, εκείνο το δοκίμιο στις δοκιμαστικές μετρήσεις ήταν και το μοναδικό δοκίμιο από αυτά με PEEK και ανθρακονήματα που έδειξε τέτοια συμπεριφορά και μάλιστα η ταχύτητα μετατόπισης των αρπαγών σε εκείνο ήταν και μεγαλύτερη, $0.6 \frac{\text{mm}}{\text{min}}$, πράγμα που δείχνει ότι η όλκιμη συμπεριφορά του δεν μπορεί να οφείλεται σε πολύ μικρή ταχύτητα μετατόπισης ή σε ερπυσμό ή χαλάρωση.

Ένα άλλο ενδιαφέρον σημείο είναι ότι η αντίσταση είναι πιο μεγάλη από την διαμήκη. Ενώ η διαμήκης αντίσταση στην αρχή ήταν γύρω στο 0.5 Ω, εδώ βλέπουμε να είναι γύρω στα 10 Ω. Όμως εν μέρει οφείλεται και στο ότι η μέτρηση γίνεται με δύο και όχι τέσσερις επαφές, άρα συμπεριλαμβάνει και την ωμική αντίσταση των καλωδίων και των επαφών.

Σε δοκιμαστικές μετρήσεις διαμήκους αντίστασης με τη μέθοδο των δύο επαφών (two wire sensing), βρέθηκε ότι η διαμήκης αντίσταση ήταν περίπου 10 Ω επίσης. Δηλαδή όταν χρησιμοποιούνταν μόνο οι μεσαίες επαφές στα δοκίμια με τις μετρήσεις διαμήκους αντίστασης, βρίσκαμε περίπου την ίδια αντίσταση που βρίσκουμε και εδώ κατά πάχος. Άρα αυτή η διαφορά πιθανότατα οφείλεται στις επαφές και τα καλώδια. Από την άλλη, όμως, αν σκεφτούμε ότι στις διαμήκεις μετρήσεις η μετρούμενη ζώνη έχει μήκος 6 mm, ενώ εδώ το πάχος της ζώνης είναι 0.15 mm, τότε διαπιστώνουμε έντονη ανισοτροπικότητα στις ηλεκτρικές ιδιότητες, πράγμα που είναι αναμενόμενο λόγω του προσανατολισμού των ινών κατά μία μόνο διεύθυνση.

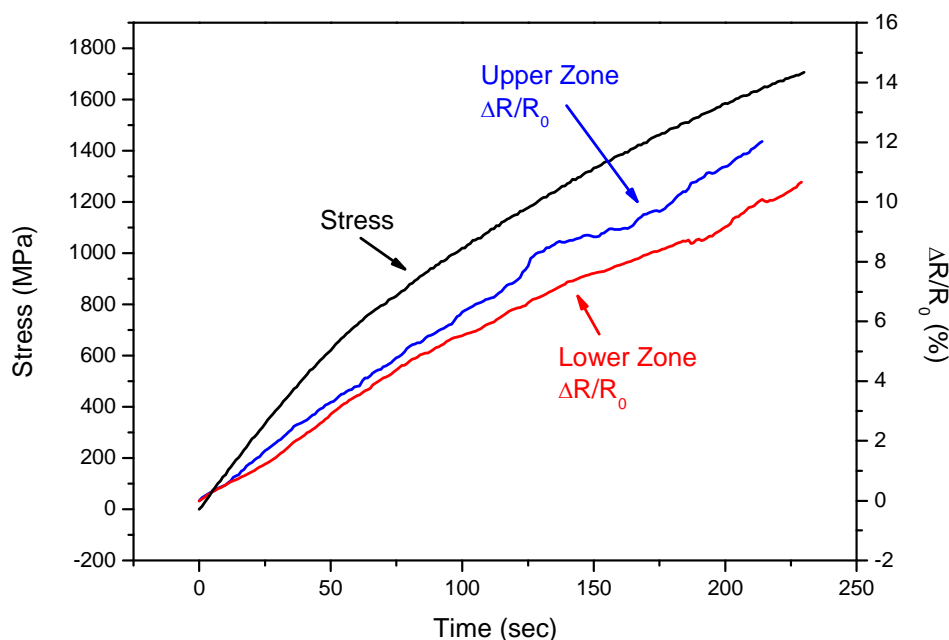
Ακολουθεί ο σχετικός πίνακας.

1^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Χρησιμοποιούμενων Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Διάμετρος	Πάχος	Αριθμός Επαφών	Επαφές σε Κάθε Όψη	Αποστάσεις Μεταξύ Ζευγών των Επαφών	
2.35 mm	60 nm	4	2	16 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1936 MPa	147 GPa	1.41 %	1742 N	299 sec
Ηλεκτρικές Μετρήσεις Άνω Ζεύγους					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικά
Εγκάρσια 2 Επαφών	9.81 Ω	13.7 %	10 mA	Τάση	Keithley 6220, 2182
Ηλεκτρικές Μετρήσεις Κάτω Ζεύγους					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Εγκάρσια 2 Επαφών	11 Ω	Βλέπε Παρατήρηση	10 mA	Τάση	Keithley 2400
Παρατήρηση: Μέγιστη Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης 8.6 % για Σχετική Επιμήκυνση 0.81 % Κατόπιν Πτώση Στο 3.8 % Στη Θραύση					

Πίνακας 4.9. Αποτελέσματα through thickness μετρήσεων για το πρώτο δοκίμιο.

4.2.2.2. Δεύτερο Δοκίμιο PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης

Παρακάτω ακολουθούν τα αποτελέσματα για το δεύτερο δοκίμιο. Οι μηχανικές μετρήσεις είναι με μαύρη και οι ηλεκτρικές με έγχρωμες καμπύλες.

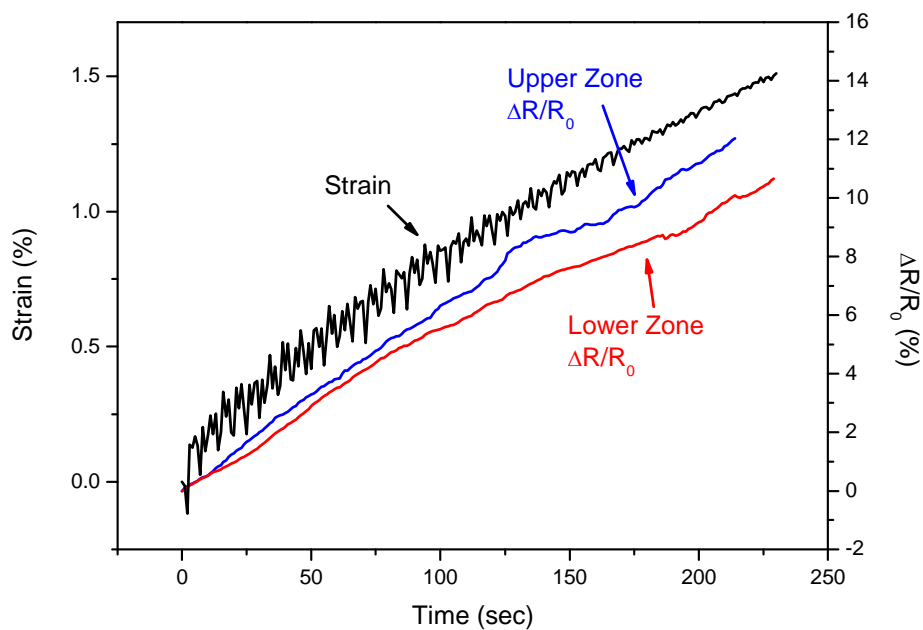


Σχήμα 4.18. Καμπύλες μηχανικής τάσης (με μαύρο χρώμα) και σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων (έγχρωμες) συναρτήσεως του χρόνου για το δεύτερο δοκίμιο.

Εδώ οι επάνω επαφές ξεκόλλησαν λίγο πριν το τέλος του πειράματος, στο 214^ο δευτερόλεπτο, και γι' αυτό η αντίστοιχη καμπύλη τελειώνει λίγο νωρίτερα. Κατά τα άλλα βλέπουμε ομαλή συμπεριφορά και δεν υπάρχει η διαφοροποίηση στις ηλεκτρικές μετρήσεις που υπήρχε πριν. Εδώ οι καμπύλες είναι μονότονες.

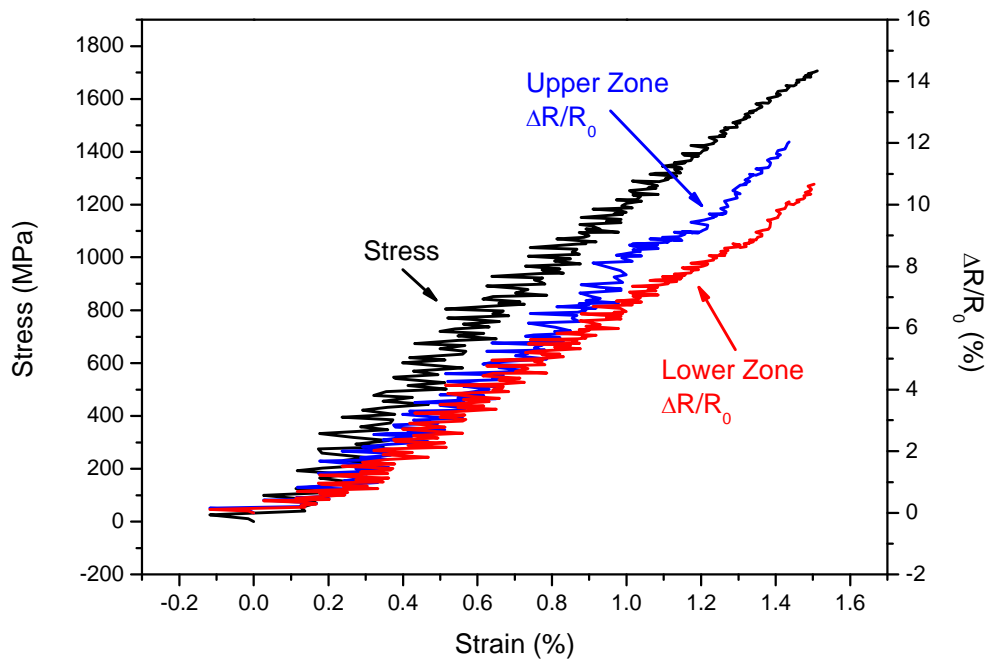
Σ' αυτό το πείραμα υπήρξε ένα πρόβλημα θορύβου στις μετρήσεις του μηχανοσκόπου, γι' αυτό επέλεξα να δείξω πρώτα το διάγραμμα τάσης ως προς το χρόνο για καλύτερη μελέτη. Εξ' άλλου, όπως έδειξαν οι μετρήσεις, η μηχανική συμπεριφορά του υλικού είναι πρακτικά γραμμική, οπότε η καμπύλη μηχανικής τάσης ως προς το χρόνο είναι παρόμοια ποιοτικά με αυτή της σχετικής επιμήκυνσης ως προς το χρόνο.

Παρακάτω ακολουθούν και τα υπόλοιπα διαγράμματα.



Σχήμα 4.19. Καμπύλες σχετικής επιμήκυνσης (με μαύρο χρώμα) και σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων (έγχρωμες) συναρτήσει του χρόνου για το δεύτερο δοκίμιο.

Η καμπύλη της σχετικής επιμήκυνσης έχει αυξομειώσεις λόγω του θορύβου που προανέφερα. Αυτό οφείλεται σε πρόβλημα μέτρησης και δεν έχει να κάνει με τη συμπεριφορά του δοκιμίου. Έχει γίνει μόνο μικρή προσαρμογή της καμπύλης και δεν έχει εξαλειφθεί πλήρως ο θόρυβος, καθότι η πορεία της καμπύλης τόσο εδώ όσο και στο επόμενο διάγραμμα είναι αντιληπτή. Οπότε σκέφτηκα ότι είναι προτιμότερο να μην πειράξω άλλο την καμπύλη για να μην χαθεί πολύτιμη πληροφορία.



Σχήμα 4.20. Καμπύλες τάσης (με μαύρο χρώμα) και σχετικών μεταβολών των αντιστάσεων (έγχρωμες) συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το δεύτερο δοκίμιο.

Το πείραμα είχε διάρκεια 230 sec, η αντοχή ήταν 1707 MPa και η σχετική επιμήκυνση στη θραύση ήταν 1.51 %. Το μέτρο ελαστικότητας, αν και είναι λίγο δύσκολο να υπολογιστεί με σιγουριά, προκύπτει γύρω στα 135 GPa. Η σχετική μεταβολή της αντίστασης στη κάτω ζώνη ήταν 10 % στη θραύση, ενώ στην πάνω ζώνη ήταν 12 % λίγο πριν ξεκολλήσουν οι επαφές. Πάντως η απώλεια συνέβη λίγο πριν το τέλος, 16 sec πριν, δηλαδή στα 214 sec, και δεν χάσαμε κάποια εντυπωσιακή αλλαγή στη συμπεριφορά, όπως π.χ. στο προηγούμενο δοκίμιο, καθότι η σχετική επιμήκυνση ήταν στο 1.43 % και το δοκίμιο αστόχησε στο 1.51 %. Αν ήταν να γίνει κάτι όπως στο προηγούμενο δοκίμιο, πιθανότατα θα είχε συμβεί, καθότι στο προηγούμενο δοκίμιο η πτώση είχε αρχίσει ήδη για σχετική επιμήκυνση 0.86 % με την αστοχία να επέρχεται πολύ αργότερα, για σχετική επιμήκυνση 1.41 %.

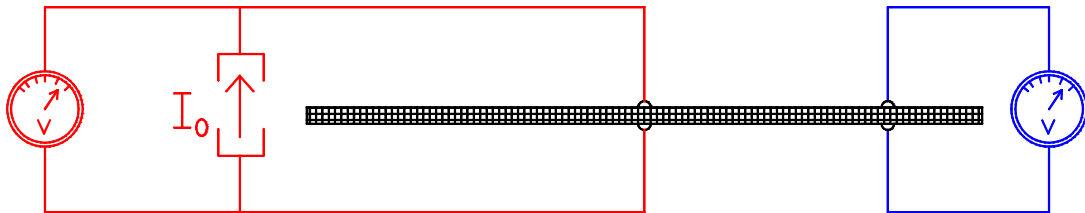
Παρακάτω ακολουθεί και ο αντίστοιχος πίνακας.

2^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Χρησιμοποιούμενων Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Διάμετρος	Πάχος	Αριθμός Επαφών	Επαφές σε Κάθε Όψη	Αποστάσεις Μεταξύ Ζευγών των Επαφών	
2.35 mm	60 nm	4	2	16 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1707 MPa	135 GPa	1.51 %	1536 N	230 sec
Ηλεκτρικές Μετρήσεις Άνω Ζεύγους					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης Πριν την Απώλεια των Επαφών	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικά
Εγκάρσια 2 Επαφών	7.11 Ω	12 %	10 mA	Τάση	Keithley 6220, 2182
Ηλεκτρικές Μετρήσεις Κάτω Ζεύγους					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Εγκάρσια 2 Επαφών	8.24 Ω	10 %	10 mA	Τάση	Keithley 2400

Πίνακας 4.10. Αποτελέσματα μετρήσεων εγκάρσιας αντίστασης για το δεύτερο δοκίμιο PEEK με CF.

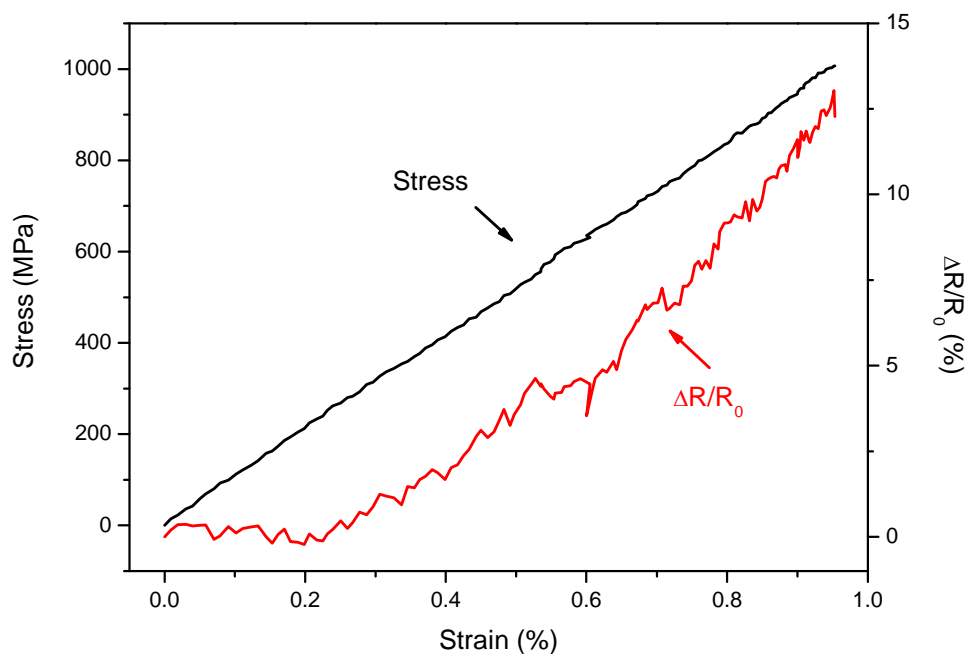
4.2.2.3. Τρίτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης

Σε αυτό το δοκίμιο μετρήθηκε η αντίσταση στο μέσο του με την τιμή της σταθερής έντασης να είναι 100 mA, ενώ υπήρχε και ένα βολτόμετρο στο ένα άκρο του χωρίς δεύτερη πηγή. Η συνδεσμολογία του παρατίθεται παρακάτω, όπου τα χρώματα είναι ίδια με αυτά των καμπυλών στα αντίστοιχα διαγράμματα.



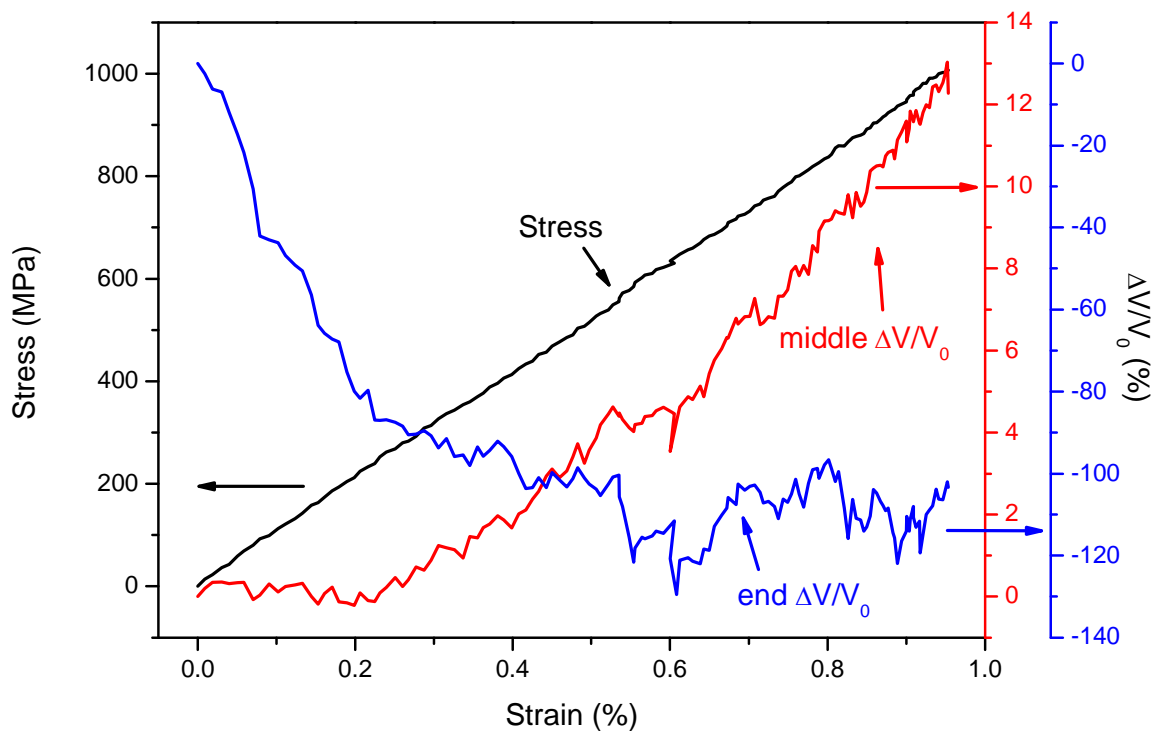
Σχήμα 4.21. Η συνδεσμολογία του τρίτου δοκιμίου για μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης.

Στα παρακάτω διαγράμματα φαίνεται η μηχανική τάση και η σχετική μεταβολή της αντίστασής του συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσής του.



Σχήμα 4.22. Καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το τρίτο δοκίμιο.

Παρατηρούμε παρόμοια συμπεριφορά με τα προηγούμενα. Η αντοχή του είναι 1007 MPa και η σχετική επιμήκυνση στη θραύση 0.95 %. Το μέτρο ελαστικότητάς του είναι 100 GPa περίπου και η σχετική μεταβολή της αντίστασης στη θραύση είναι 13 % περίπου. Έσπασε σχετικά γρήγορα για μικρότερο φορτίο σε σχέση με τα υπόλοιπα δοκίμια. Το ενδιαφέρον εστιάζεται στην ηλεκτρική τάση που μετρήθηκε στο άκρο του, δηλαδή μακριά από την πηγή, όπως φαίνεται στα παρακάτω διαγράμματα.



Σχήμα 4.23. Καμπύλες μηχανικής τάσης, σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στο μέσο και στο άκρο συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για το τρίτο δοκίμιο. Η καμπύλη για το άκρο είναι σε διαφορετική κλίμακα από αυτή για το μέσο.

Εδώ παρατηρούμε μία πτωτική πορεία της σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης μακριά από την πηγή και μάλιστα ποσοτικά είναι περίπου μία τάξη μεγέθους μεγαλύτερη από αυτή στην πηγή, καθότι φτάνει ακόμα και το -129%. Στο σημείο που γίνεται μικρότερη από -100 % η σχετική επιμήκυνση είναι 0.52 % περίπου.

Εδώ να αναφέρω ότι τυχόν αρνητικές τιμές για τη σχετική μεταβολή της αντίστασης ή της τάσης δεν σημαίνουν αντιστροφή της πολικότητας, καθότι στα διαγράμματα απεικονίζονται τα σχετικά και όχι τα απόλυτα μεγέθη. Απλά σημαίνει

ότι η τάση ή η αντίσταση σε εκείνα τα σημεία είναι μικρότερη από την αρχική που μετρήθηκε κατά την έναρξη του πειράματος, αλλά εξακολουθεί να παραμένει θετική. Η διαφορά της από την αρχική είναι αρνητική.

Ωστόσο στη συγκεκριμένη περίπτωση, από ένα σημείο και μετά, αλλάζει και η πολικότητα της τάσης. Συγκεκριμένα, ενώ στην αρχή είναι 0.0448 V, για σχετική επιμήκυνση 0.52 % περίπου μηδενίζεται, άρα η σχετική μεταβολή γίνεται -100 %, και μετά γίνεται αρνητική, δηλαδή η σχετική μεταβολή παίρνει τιμές μικρότερες του -100 %. Εδώ πρέπει να τονιστεί ότι η σχετική μεταβολή της τάσης στο άκρο δεν ταυτίζεται με τη σχετική μεταβολή της εγκάρσιας αντίστασης στο άκρο, καθότι εκεί μετράω την τάση του ρεύματος μακριά από την πηγή, συνεπώς δεν μπορούν να χρησιμοποιηθούν οι σχέσεις (2.6), (2.17) και (2.18).

Όσον αφορά την τάση στο μέσο, δηλαδή εκεί που είναι η πηγή, αυτή έχει αρχική τιμή 3.44 V περίπου, που αντιστοιχεί σε αντίσταση 34.44 Ω για ρεύμα 0.1 A, και ακολουθεί παρόμοια πορεία με αυτή των προηγούμενων δοκιμών.

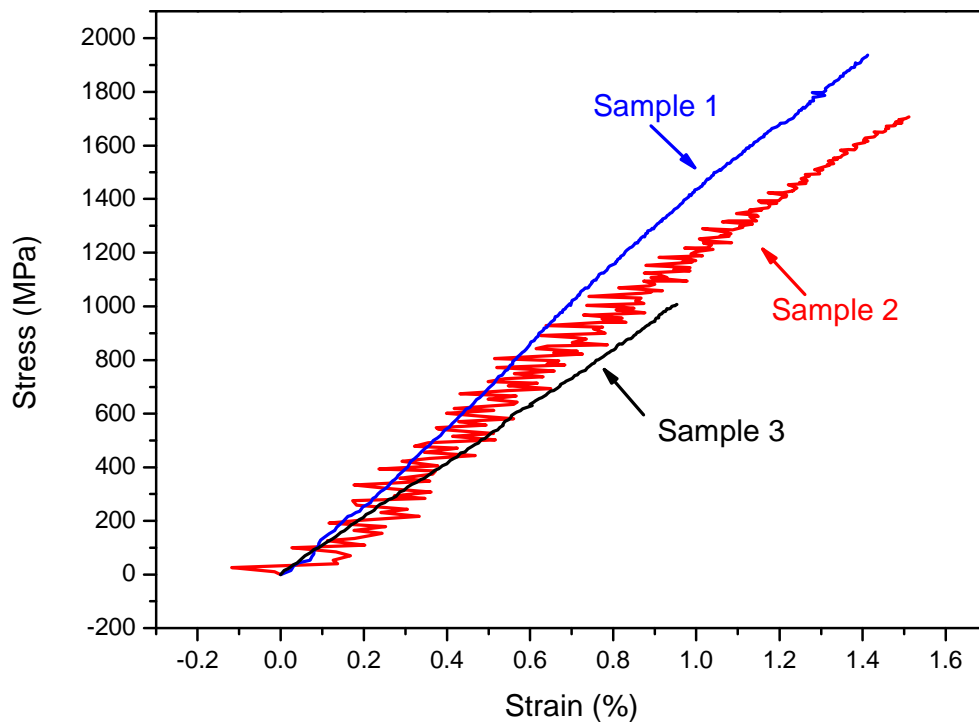
Παρακάτω ακολουθεί και ο αντίστοιχος πίνακας.

3^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Χρησιμοποιούμενων Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Διάμετρος	Πάχος	Αριθμός Επαφών	Επαφές σε Κάθε Όψη	Αποστάσεις Μεταξύ Ζευγών των Επαφών	
2.35 mm	60 nm	4	2	8 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1007 MPa	100 GPa	0.95 %	906 N	144 sec
Ηλεκτρικές Μετρήσεις στο Μέσο					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Αντίσταση	Σχετ. Μεταβ. της Αντίστασης Στη Θραύση	Ένταση Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Εγκάρσια 2 Επαφών	34.44 Ω	13 %	100 mA	Τάση	Keithley 2400
Ηλεκτρικές Μετρήσεις στο Άκρο					
Ηλεκτρική Μέτρηση	Αρχική Τάση	Εύρος Σχετικής Μεταβολής	Πηγή Σταθερού Ρεύματος	Μέτρηση	Μετρητικό
Εγκάρσια 2 Επαφών	0.0448 V	-129 %	Δ/Υ	Τάση	Keithley 6517

Πίνακας 4.11. Αποτελέσματα μετρήσεων εγκάρσιας αντίστασης για το τρίτο δοκίμιο PEEK με CF.

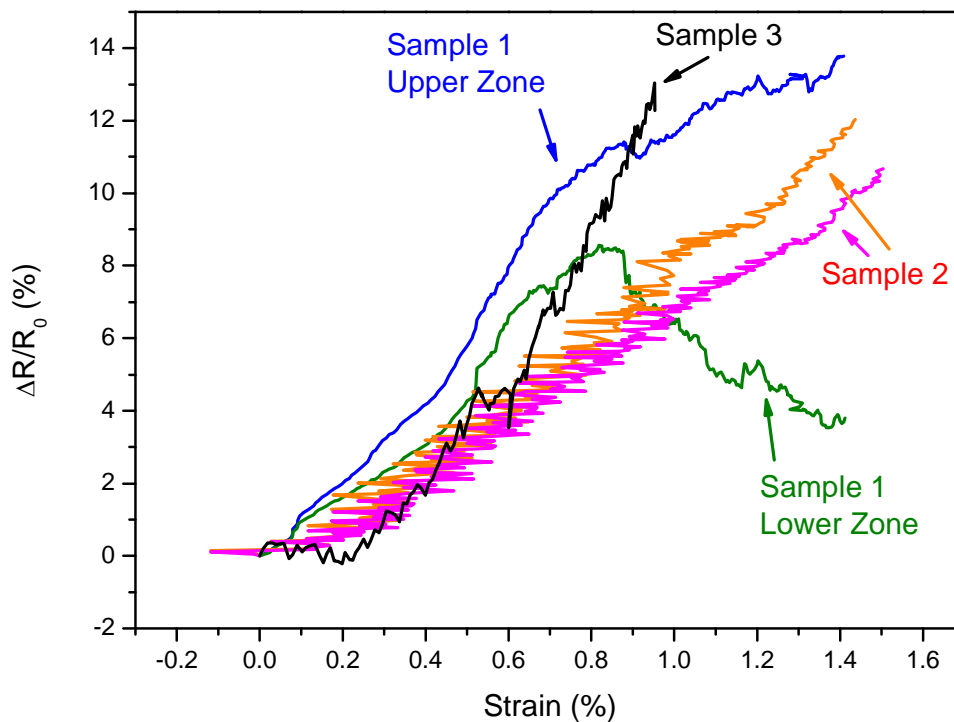
4.2.2.4. Σύγκριση Αποτελεσμάτων για τα 3 Δοκίμια από ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης

Στα παρακάτω διαγράμματα συγκρίνεται η συμπεριφορά των δοκιμών με μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης, όπου, όμως, δεν έχουν συμπεριληφθεί τα διαγράμματα που αφορούν την τάση στο άκρο του τρίτου δοκιμίου, όπου δεν υπάρχει πηγή.



Σχήμα 4.24. Διαγράμματα τάσης-σχετικής επιμήκυνσης και για τα τρία δοκίμια για μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης.

Παρατηρούμε σχεδόν παραπλήσια μηχανική συμπεριφορά με το τρίτο δείγμα να έχει μικρότερη αντοχή από τα υπόλοιπα.



Σχήμα 4.25. Διαγράμματα σχετικής μεταβολής της αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης και για τα τρία δοκίμια για μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης.

Εδώ παρατηρούμε ότι οι καμπύλες της σχετικής μεταβολής της αντίστασης έχουν όλες ανοδική πορεία ακολουθώντας τη σχετική επιμήκυνση με εξαίρεση την μία μέτρηση του πρώτου δοκίμιου που από το μέσο περίπου του πειράματος αρχίζει να έχει καθοδική πορεία. Επίσης παρατηρούμε ότι κυμαίνονται περίπου στα ίδια όρια. Στο τρίτο δοκίμιο, το οποίο επέδειξε μικρότερη αντοχή, παρατηρούμε μεγαλύτερη κλίση σε σχέση με τα υπόλοιπα.

Παρόμοια συμπεριφορά παρατηρήσαμε και για τα προηγούμενα δοκίμια με τις μετρήσεις διαμήκους αντίστασης, με εξαίρεση ένα δοκίμιο που παρουσίασε ένα ανοδικό σκαλοπάτι πλησιάζοντας στη θραύση. Στις υπόλοιπες, όμως, δεν βλέπουμε κάποια εντυπωσιακή αλλαγή στην κλίση ή στην καμπυλότητα που να μας προειδοποιεί ότι πλησιάζει η θραύση, όπως συνέβαινε στα δοκίμια με τους νανοσωλήνες άνθρακα.

Παρακάτω ακολουθεί και ο συγκεντρωτικός πίνακας, 4.12, όπου αναφέρονται μόνο τα ηλεκτρικά μεγέθη για αυτά τα τρία δοκίμια. Τα μηχανικά μεγέθη αναφέρονται συγκεντρωτικά για όλα τα δοκίμια με τα ανθρακονήματα στο τέλος.

Δοκίμια PEEK με 55 % CF με Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίων					
Συμπεριφορά	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	4 Taps
Ψαθυρή	6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών από Χρυσό					
Αριθμός Επαφών	Διάμετρος		Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ των Επαφών	
6	2.35 mm		60 nm	8 mm	
Μέτρηση	Τάση	Μετρητικά Keithley 2400, 6220, 2182, 6517			
Μέγεθος	Ζεύγος	Αρχική Τιμή (Ω)	Εύρος Σχετικής Μεταβολής Τάσης (%)		
1 ^ο Δοκίμιο	Άνω	9.81	13.7		
	Κάτω	11	8.6		
2 ^ο Δοκίμιο	Άνω	7.11	12		
	Κάτω	8.24	10		
3 ^ο Δοκίμιο	Μέσο	34.44	13		
	Άκρο (τάση)	0.0448V	-129		
Μέση Τιμή	Χωρίς την Τιμή για το Άκρο του 3 ^{ου} Δοκιμίου	14.12	11.46		
Τυπική Απόκλιση		11.46	2.12		
Τυπικό Σφάλμα		5.12	0.95		

Στον παρακάτω πίνακα ακολουθούν οι συγκρίσεις χωρίς το τρίτο δοκίμιο, το οποίο επέδειξε μεγάλη αρχική αντίσταση σε σχέση με τα υπόλοιπα. Παρατηρούμε μικρότερο σφάλμα και απόκλιση για την αρχική αντίσταση.

Δοκίμια ΡΕΕΚ με 55 % CF με Μέτρηση Εγκάρσιας Αντίστασης								
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίων								
Συμπεριφορά	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	4 Taps			
Ψαθυρή	6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	6x10 mm ²			
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών από Χρυσό								
Αριθμός Επαφών	Διάμετρος		Πάχος	Αποστάσεις Μεταξύ των Επαφών				
4	2.35 mm		60 nm	16 mm				
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min				
Ένταση Σταθερού Ρεύματος		Μέτρηση		Μετρητικά				
10mA		Τάση		Keithley 2400, 2182, 6220				
Μέγεθος	MM	1 ^ο Δοκίμιο		2 ^ο Δοκίμιο		Μέσος Όρος	Τυπική Απόκλιση	Τυπικό Σφάλμα
Ζεύγος		Άνω	Κάτω	Άνω	Κάτω	Σε Σύνολο 4 Μετρήσεων		
Αρχική Αντίσταση	Ω	9.81	11	7.11	8.24	9.04	1.713	0.856
Σχετική Μεταβολή της Αντίστασης	%	13.7	8.6	12	10	11.08	2.328	1.119

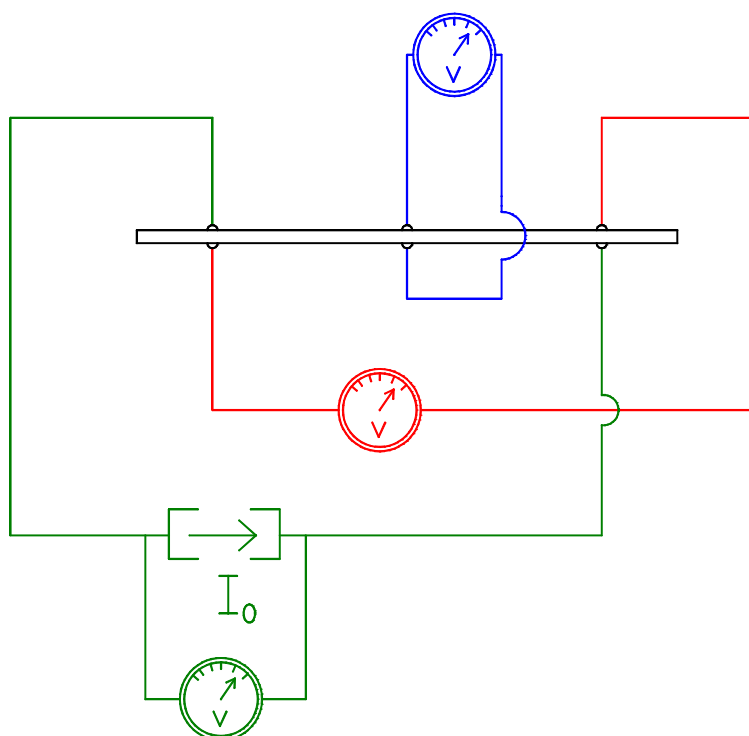
Πίνακας 4.13. Συγκριτικός πίνακας για τα δύο δοκίμια με μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης.

Ο μέσος όρος, η τυπική απόκλιση και το τυπικό σφάλμα υπολογίστηκαν από τις σχέσεις (4.1), (4.2) και (4.3), αντίστοιχα.

4.2.3. Δοκίμια PEEK με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης και Διαγώνια Διάταξη των Ηλεκτροδίων

Δύο δοκίμια από PEEK με CF από αυτά που είχαν 6 ηλεκτρικές επαφές κυκλικού σχήματος, χρησιμοποιήθηκαν για μετρήσεις ως εξής:

Συνδέθηκε μόνο μία πηγή σταθερού ρεύματος στην πάνω εμπρός επαφή και στην κάτω και πίσω επαφή, δηλαδή διαγωνίως του δοκιμίου. Ένα βολτόμετρο συνδέθηκε στην πάνω πίσω και στην κάτω εμπρός επαφή. Δηλαδή το βολτόμετρο δεν μέτραγε την τάση στα ίδια ηλεκτρόδια με τη πηγή, αλλά ήταν συνδεδεμένο χιαστί ως προς την πηγή. Ένα ακόμα βολτόμετρο συνδέθηκε στις μεσαίες επαφές. Παρακάτω δείχνεται αυτή η συνδεσμολογία, με τα χρώματα να είναι ίδια με αυτά των καμπυλών των αντίστοιχων διαγραμμάτων.

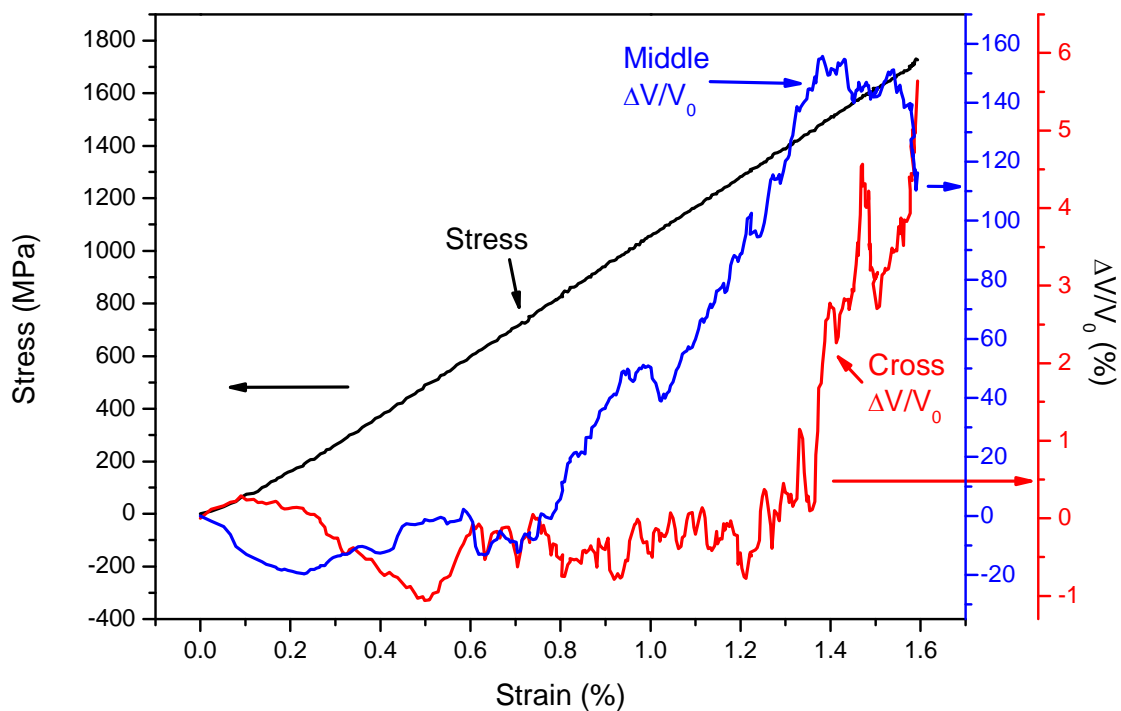


Σχήμα 4.26. Συνδεσμολογία δοκιμίων PEEK με CF με διαγώνια διάταξη των ηλεκτροδίων.

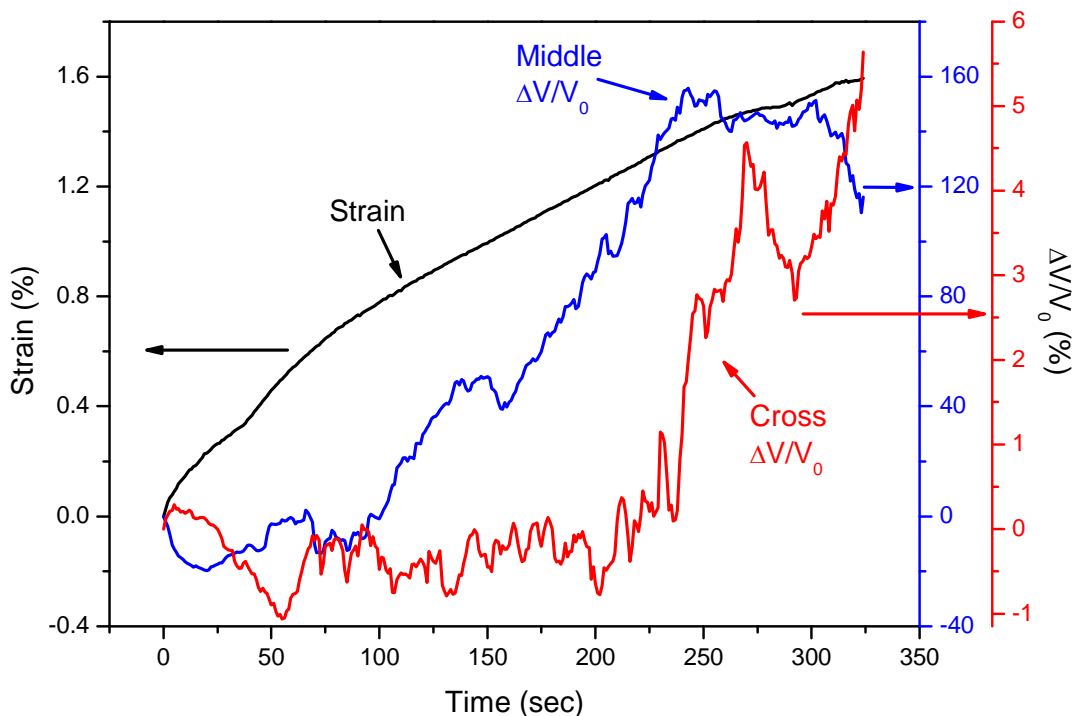
Εδώ οι μετρήσεις δεν γίνονται παράλληλα με τη φορά του ρεύματος ή των δυναμικών γραμμών του ηλεκτρικού πεδίου, όπως στα προηγούμενα, αλλά σε διαφορετικές διευθύνσεις, γι' αυτό και στα διαγράμματα απεικονίζεται η σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής τάσης, $\frac{\Delta V}{V_0}$, και όχι η αντίσταση, όπως στα προηγούμενα.

4.2.3.1. Πρώτο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης και Διαγώνια Διάταξη των Ηλεκτροδίων

Σε αυτό το δοκίμιο η ένταση του ρεύματος είναι 100 mA. Η αντοχή του δοκιμίου είναι 1730 MPa, η θραύση του επήλθε μετά από σχετική επιμήκυνση 1.59 %, το πείραμα διήρκεσε 324 sec και το μέτρο ελαστικότητάς του είναι 106 GPa. Η αντοχή του κυμάνθηκε στα επίπεδα των άλλων δοκιμών, η σχετική επιμήκυνση είναι λίγο μεγαλύτερη και το μέτρο ελαστικότητας λίγο μικρότερο. Εδώ δεν υπήρχε βολτόμετρο στα άκρα της πηγής. Παρακάτω παρατίθενται τα αποτελέσματα από αυτό το δοκίμιο.



Σχήμα 4.27. Διαγράμματα μηχανικής τάσης (μαύρη καμπύλη), σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στο μέσο (κόκκινη καμπύλη) και σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης διαγώνια (μπλε καμπύλη) συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης. Η μπλε και η κόκκινη καμπύλη είναι σε διαφορετική κλίμακα.



Σχήμα 4.28. Διαγράμματα σχετικής επιμήκυνσης (μαύρη καμπύλη), σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στο μέσο (κόκκινη καμπύλη) και διαγωνίως (μπλε καμπύλη) συναρτήσει του χρόνου. Η μπλε και η κόκκινη καμπύλη είναι σε διαφορετική κλίμακα.

Η μηχανική συμπεριφορά του δοκιμίου δεν έχει κάτι το διαφορετικό από τα υπόλοιπα. Το ενδιαφέρον εστιάζεται στην ηλεκτρική του συμπεριφορά για δύο λόγους.

1^{ov}. Η σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής τάσης που μετρήθηκε στο μέσον του δοκιμίου παίρνει πολύ μεγάλες τιμές, πάνω από μία τάξη μεγέθους, σε σχέση με την άλλη, καθώς και σε σχέση με τα υπόλοιπα δοκίμια PEEK με CF, καθότι φτάνει το 155 %, όταν η σχετική επιμήκυνση του δοκιμίου είναι στο 87 % της μέγιστης, και μετά σταθεροποιείται λίγο πιο κάτω για να αρχίσει απότομη πτώση λίγο πριν τη θραύση μέχρι το 116 %, όπου επέρχεται και η θραύση. Σε όλα τα υπόλοιπα η τιμή αυτή πήγαινε το πολύ γύρω στο 16 %. Μόνο στα δοκίμια με το PP με MWCNT είχαμε τιμές που πλησίαζαν το 380 %.

2^{ov}. Η σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής τάσης που μετρείται διαγωνίως του δοκιμίου κυμαίνεται στα συνήθη επίπεδα, γύρω στο 6 %, αλλά μέχρι το 84 % της μέγιστης σχετικής επιμήκυνσης είναι σχεδόν σταθερή, απλά, μέχρι εκείνο το σημείο, αυξομειώνεται πολύ λίγο γύρω από το 0, και από εκείνο το σημείο και μετά

«ξυπνάει» και αρχίζει να ανεβαίνει απότομα. Σε εκείνο το σημείο η μηχανική τάση του δοκιμίου είναι περίπου 1400 MPa, δηλαδή το 82 % περίπου της αντοχής του δοκιμίου.

Αυτή η συμπεριφορά παρουσιάζει ιδιαίτερο ενδιαφέρον όσον αφορά το αντικείμενο που εξετάζει αυτή η εργασία, καθότι αν αυτή η συμπεριφορά δεν οφείλεται σε κάποιο πρόβλημα και δεν είναι τυχαία αλλά είναι επαναλήψιμη, τότε με αυτή τη μέθοδο μέτρησης μπορώ να έχω προειδοποίηση για την απερχόμενη αστοχία του υλικού πριν αυτή συμβεί. Δηλαδή το γεγονός ότι η καμπύλη από ένα σημείο και μετά και πριν τη θραύση αρχίζει να συμπεριφέρεται διαφορετικά από ότι στην αρχή του πειράματος μπορεί να δώσει σημαντική πληροφορία για την φθορά του δοκιμίου. Αντιθέτως, οι ομαλές καμπύλες των προηγούμενων πειραμάτων δίνουν πληροφορία για το επίπεδο παραμόρφωσης του δοκιμίου, αλλά δεν μπορούν να δώσουν τόσο σαφή εικόνα όσο εδώ για την επικείμενη αστοχία. Από τα προηγούμενα μόνο σε δύο περιπτώσεις είδαμε διαφοροποίηση κοντά στη θραύση, αλλά αυτή δεν ήταν επαναλήψιμη και ούτε τόσο μεγάλη όσο εδώ. Δηλαδή, το δεύτερο δοκίμιο στις μετρήσεις διαμήκους αντίστασης έκανε ένα άλμα προς τα επάνω πλησιάζοντας στη θραύση, αλλά αυτό δεν φάνηκε στα άλλα δύο. Ομοίως, η μία ζώνη του πρώτου δοκιμίου στις μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης έδειξε πτωτική πορεία από ένα σημείο και μετά, αλλά και αυτό δεν παρατηρήθηκε στις άλλες τέσσερις μετρήσεις.

Παρακάτω ακολουθεί ο πίνακας για αυτή τη μέτρηση.

1^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μετρήσεις Τάσης Διαγωνία					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Διάμετρος	Πάχος	Αριθμός Επαφών	Επαφές σε Κάθε Όψη	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών	
2.35 mm	60 nm	6	3	8 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1730 MPa	106 GPa	1.59 %	1557 N	324 sec
Ένταση Σταθερού Ρεύματος 100 mA					
Εφαρμογή Ηλεκτρικού Ρεύματος Διαγωνίως					
Αρχική Τάση Διαγωνίως	Σχετική Μεταβολή της Διαγωνίας Τάσης Στη Θραύση		Σχετική Επιμήκυνση Όταν Άρχισε η Διαγωνία Τάση να Ανεβαίνει		
0.172 V	5.63 %		1.33 % (84 % της μέγιστης)		
Αρχική Τάση στο Μέσο	Μέγιστη Σχετ. Μετ. της Τάσης στο Μέσο	Σχετική Επιμήκυνση Όταν η Σχετική Μεταβολή Της Τάσης στο Μέσο Ήταν Μέγιστη		Σχετ. Μεταβ. της Τάσης στο Μέσο Στη Θραύση	
0.016 V	155 %	1.38 % (87 % της μέγιστης)		116 %	

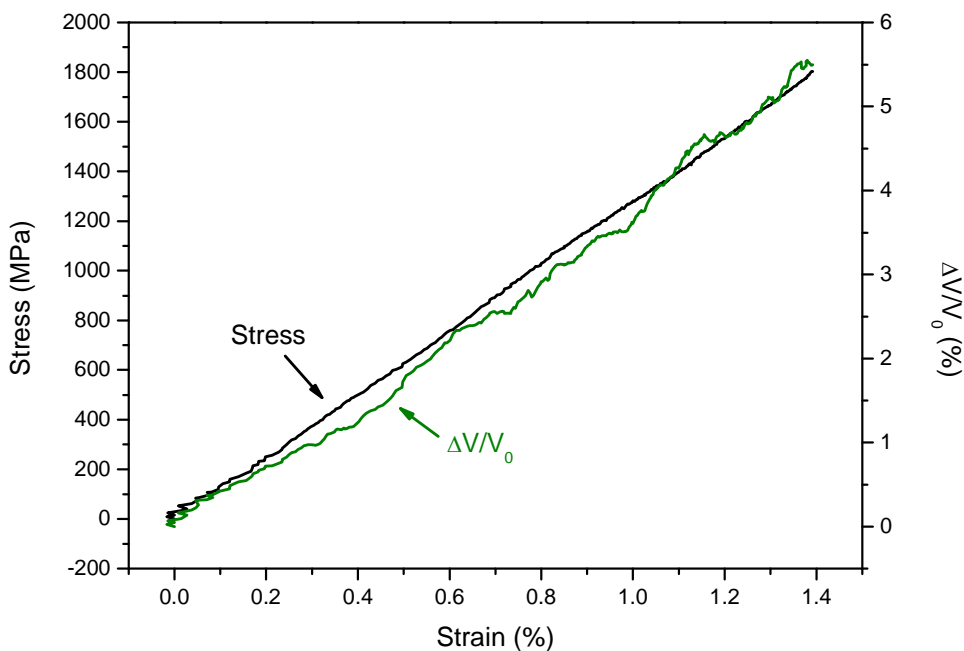
Πίνακας 4.14. Αποτελέσματα μετρήσεων διαγωνίως και στο μέσον του πρώτου δοκιμίου PEEK με CF.

Παρατηρούμε ότι στο μέσο η αρχική τιμή της τάσης ήταν 0.016 V, ενώ διαγωνίως η αρχική τιμή ήταν 0.172 V, δηλαδή 10 φορές μεγαλύτερη.

Επίσης ενδιαφέρον έχει το γεγονός ότι η σχετική μεταβολή της τάσης στο μέσον γίνεται μέγιστη, 155 %, για σχετική επιμήκυνση 1.38 %. Περίπου στο ίδιο σημείο της σχετικής επιμήκυνσης, 1.33 %, παρατηρούμε την έναρξη της απότομης ανόδου της διαγώνιας σχετικής μεταβολής της τάσης. Δηλαδή εκεί περίπου που η μία κάνει μέγιστο, η άλλη ξεκινάει την ανοδική της πορεία. Αυτό μεγιστοποιεί την πιθανότητα οι ηλεκτρικές μετρήσεις αυτού του δοκιμίου να μην είναι εσφαλμένες ή τυχαίες, αλλά πιθανότατα να μπορούν να επαναληφθούν.

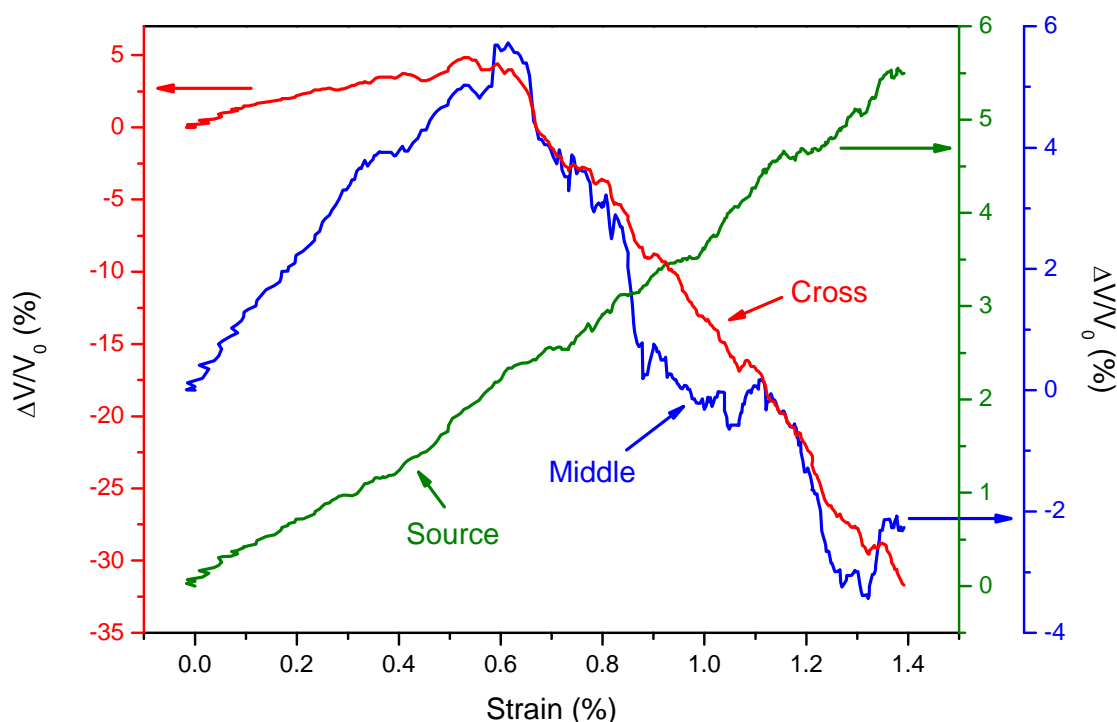
4.2.3.2. Δεύτερο Δοκίμιο ΡΕΕΚ με CF με Μετρήσεις Εγκάρσιας Αντίστασης και Διαγώνια Διάταξη των Ηλεκτροδίων

Εδώ η συνδεσμολογία είναι παρόμοια με πριν, μόνο που έχει προστεθεί και ένα βολτόμετρο στα άκρα της πηγής. Στο παρακάτω διάγραμμα υπάρχουν οι καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στα άκρα της πηγής ως προς τη σχετική επιμήκυνση.



Σχήμα 4.29. Καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στα άκρα της πηγής συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης.

Παρατηρούμε τη συνήθη ψαθυρή συμπεριφορά του υλικού με αντοχή 1802 MPa και θραύση για σχετική επιμήκυνση 1.39 %. Το μέτρο ελαστικότητάς του είναι 131 GPa περίπου, ενώ η μέτρηση διήρκεσε 354 sec. Η αρχική ηλεκτρική τάση στα άκρα της πηγής είναι 0.132 V και η ένταση του ηλεκτρικού ρεύματος είναι 10 mA καθ' όλη διάρκεια του πειράματος, ενώ η μέγιστη σχετική μεταβολή της ηλεκτρικής τάσης στα άκρα της πηγής είναι 5.5 % περίπου. Στο παρακάτω σχήμα φαίνονται τα διαγράμματα και για τις τρεις τάσεις που μετρήθηκαν.



Σχήμα 4.30. Διαγράμματα σχετικής μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης στα άκρα της πηγής (πράσινη καμπύλη), διαγώνια του δοκιμίου αντιδιαμετρικά της πηγής (κόκκινη καμπύλη) και στο μέσο του δοκιμίου (μπλε καμπύλη). Η κάθε καμπύλη είναι σε ξεχωριστή κλίμακα.

Παρατηρούμε διαφορετική συμπεριφορά από ότι πριν. Δηλαδή η σχετική μεταβολή της τάσης στο μέσον δεν παίρνει τόσο ψηλές τιμές όπως πριν, αλλά πηγαίνει μέχρι 5.7 % για σχετική επιμήκυνση 0.61 %, δηλαδή στο 43 % της μέγιστης σχετικής επιμήκυνσης, και κατόπιν αρχίζει πτωτική πορεία μέχρι τη θραύση, όπου η τιμή της εκεί είναι -2.26 %, έχοντας κάνει ελάχιστο ίσο με -3.44 % για σχετική

επιμήκυνση 1.32 %, δηλαδή στο 95 % της μέγιστης σχετικής επιμήκυνσης. Η αρχική της τιμή είναι 0.022 V.

Παρόμοια συμπεριφορά έχει και η διαγώνια τάση αντιδιαμετρικά της πηγής. Η αρχική της τιμή είναι 0.012 V. Η σχετική μεταβολή της αυξάνεται μέχρι τα 4.82 % για σχετική επιμήκυνση ίση με 0.53 %, δηλαδή στο 38 % της μέγιστης σχετικής επιμήκυνσης, και μετά αρχίζει πτωτική πορεία μέχρι τη θραύση όπου γίνεται -32 % περίπου. Παρατηρούμε ότι η πτώση και των δύο αυτών γραφημάτων ξεκινάει περίπου στο ίδιο σημείο, όμως η τιμές που παίρνουν διαφέρουν αρκετά. Εδώ να υπενθυμίσω ότι οι αρνητικές τιμές για τις σχετικές μεταβολές δεν σημαίνουν αντιστροφή της πολικότητας. Οι μετρούμενες τιμές εξακολουθούν να είναι θετικές, αλλά είναι μικρότερες από την αρχική.

Αυτή η συμπεριφορά, δηλαδή να υπάρχει ανοδική πορεία μέχρι ένα σημείο και μετά να αρχίζει πτωτική πορεία, συναντήθηκε και σε προηγούμενο δοκίμιο, καθώς και σε μία από τις προκαταρκτικές μετρήσεις εγκάρσιας αγωγιμότητας που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2. Έτσι, αυξάνονται οι πιθανότητες αυτή η συμπεριφορά να μην πρόκειται για τυχαίο γεγονός, αλλά ενδεχομένως για κάποιο μηχανισμό ο οποίος ενεργοποιείται κάτω από άγνωστες μέχρι στιγμής συνθήκες και προκαλεί πτώση της αντίστασης από ένα σημείο και μετά στις μετρήσεις εγκάρσιας αγωγιμότητας.

Παρακάτω ακολουθεί και ο αντίστοιχος πίνακας 4.15.

2 ^ο Δοκίμιο PEEK με 55 % CF με Μετρήσεις Τάσης Διαγώνια					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμίου					
Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	Αριθμός Taps	Διαστάσεις Taps
6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	4	6x10 mm ²
Διαστάσεις Ηλεκτρικών Επαφών Από Χρυσό					
Διάμετρος	Πάχος	Αριθμός Επαφών	Επαφές σε Κάθε Όψη	Αποστάσεις Μεταξύ Γειτονικών Επαφών	
2.35 mm	60 nm	6	3	8 mm	
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μηχανική Συμπεριφορά	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση Στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Ψαθυρή	1802 MPa	131 GPa	1.39 %	1622 N	354 sec
Ένταση Σταθερού Ρεύματος 10 mA					
Εφαρμογή Ηλεκτρικού Ρεύματος Διαγωνίως					
Αρχική Τάση Πηγής		0.132 V	Σχετ. Μετ. Τάσης Πηγής στη Θραύση		5.5 %
Αρχική Τάση Διαγωνίως	Μέγιστη Σχετ. Μεταβ. της Διαγώνιας Τάσης		Σχετική Επιμήκυνση στο Μέγιστο της Διαγώνιας Τάσης	Διαγώνια Σχ. Μετ. Τάσης στη Θραύση	
0.012 V	4.82 %		0.53 % (38 % της μέγιστης)	-32 %	
Αρχική Τάση στο Μέσο	Μέγιστη Σχ. Μετ. Τάσης στο Μέσο	Σχετική Επιμήκυνση Όταν η Σχετική Μεταβολή της Τάσης στο Μέσο Ήταν Μέγιστη		Ελάχιστη Σχετ. Μετ. της Τάσης στο Μέσο	
0.022 V	5.7 %	0.61 % (43 % της μέγιστης)		-3.44 % και -2.26 % στη Θραύση	

4.2.4. Σύγκριση των Μηχανικών Μεγεθών και για τα 8 Δοκίμια PEEK με CF

Στον παρακάτω πίνακα ακολουθούν τα αποτελέσματα για τη μηχανική συμπεριφορά και των 8 δοκιμών PEEK με 55 % CF.

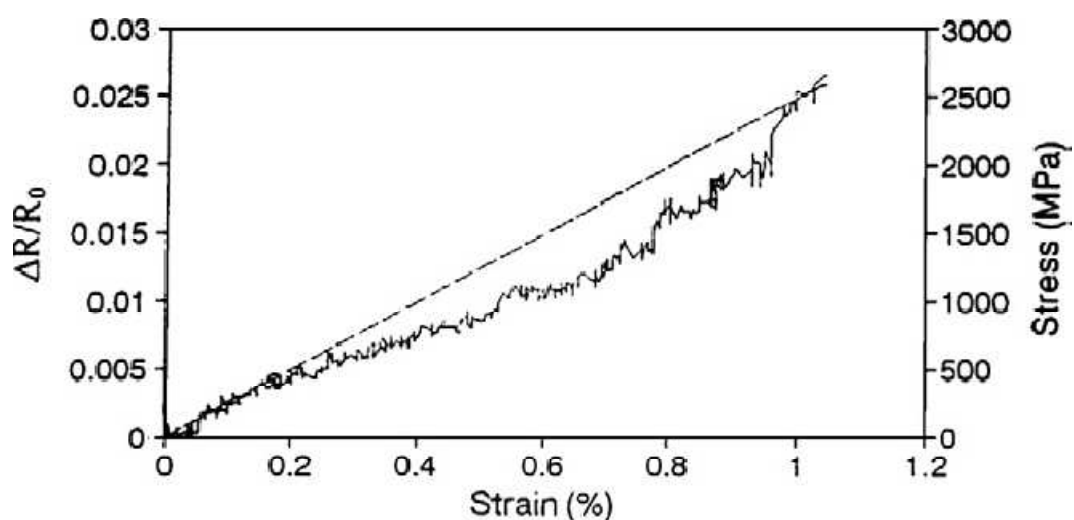
Όλα τα Δοκίμια PEEK με 55 % CF					
Αρχικές Διαστάσεις Δοκιμών					
Συμπεριφορά	Μήκος	Πλάτος	Πάχος	Εμβαδό Διατομής	4 Taps
Ψαθυρή	6 cm	6 mm	0.15 mm	0.9 mm ²	6x10 mm ²
Ταχύτητα Μετατόπισης Αρπαγών της Instron				0.4 mm/min	
Μέγεθος	Αντοχή	Μέτρο Ελαστικότητας	Σχετική Επιμήκυνση στη Θραύση	Μέγιστο Φορτίο	Διάρκεια Πειράματος
Μονάδα Μέτρησης	MPa	GPa	%	N	sec
Δοκίμιο 1	1150	122	0.91	1035	261
Δοκίμιο 2	1100	122	0.90	990	202
Δοκίμιο 3	800	142	0.56	720	119
Δοκίμιο 4	1936	147	1.41	1742	299
Δοκίμιο 5	1707	135	1.51	1536	230
Δοκίμιο 6	1007	100	0.95	906	144
Δοκίμιο 7	1730	106	1.59	1557	324
Δοκίμιο 8	1802	131	1.39	1622	354
Μέσος Όρος	1404	126	1.15	1264	242
Τυπική Απόκλιση	416	17	0.37	391	84
Τυπικό Σφάλμα	147	6	0.13	138	30

Πίνακας 4.16. Αποτελέσματα για όλα τα δοκίμια PEEK με CF για τις μετρήσεις των μηχανικών μεγεθών.

Ο μέσος όρος, η τυπική απόκλιση και το τυπικό σφάλμα δίνονται από τις σχέσεις (4.1), (4.2) και (4.3), αντίστοιχα.

Γενικά, παρατηρούμε παρόμοια μηχανική συμπεριφορά, αν εξαιρέσουμε κάποιες διαφοροποιήσεις στην τελική αντοχή.

Όσον αφορά την ηλεκτρική συμπεριφορά των ινωδών δοκιμίων, γενικά παρατηρούμε ομοιότητα με παρόμοια πειράματα άλλων ομάδων, όπως αναλύονται σε προηγούμενες παραγράφους. Ενδεικτικά παραθέτω ένα διάγραμμα από παρόμοιες μετρήσεις των Wang XJ, Wang SK και Chung DDL [35].



Σχήμα 4.31. Καμπύλες μηχανικής τάσης και σχετικής μεταβολής της διαμήκουσ αντίστασης συναρτήσει της σχετικής επιμήκυνσης για υλικό ενισχυμένο με ανθρακονήματα [35].

Κεφάλαιο 5

Συμπεράσματα

Γενικά από τις μετρήσεις όλων των δοκιμίων, αλλά και από τη σχετική βιβλιογραφία, προκύπτουν ενθαρρυντικά αποτελέσματα όσον αφορά την δυνατότητα εφαρμογής της μεθόδου στην πράξη.

Ειδικότερα, όσον αφορά τα δοκίμια που μετρήθηκαν για την εργασία αυτή έχουμε τα εξής συμπεράσματα:

1. Στα δοκίμια από πολυπροπυλένιο (PP) με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλού τοιχώματος (MWCNT) παρατηρήθηκε απότομη αύξηση της αντίστασης από ένα σημείο και μετά πριν τη διαρροή η οποία έγινε πιο απότομη καθώς το δοκίμιο πλησίαζε στη θραύση. Δηλαδή βλέπουμε ότι τα δοκίμια αυτά δίνουν καλή εικόνα του επιπέδου φθοράς τους, καθώς και για το αν βρίσκονται στην ελαστική ή την πλαστική περιοχή τους, και προειδοποιούν για την επερχόμενη θραύση.

2. Αντιθέτως, τα δοκίμια από πολυαιθερ-αιθερ-κετόνη (PEEK) με ανθρακονήματα (CF) έχουν πιο γραμμική συμπεριφορά, όσον αφορά τη μεταβολή της αντίστασής τους, τόσο παράλληλα, όσο και κάθετα στην διεύθυνση των ινών. Έτσι, ενώ και αυτά δίνουν μια εικόνα για το επίπεδο παραμόρφωσής τους, δεν προειδοποιούν ξεκάθαρα για την επερχόμενη θραύση με απότομη αύξηση της αντίστασης ή με άλλο τρόπο, όπως έκαναν τα προηγούμενα δοκίμια. Βέβαια υπάρχουν μικρά «σκαλοπάτια» στην καμπύλη της αντίστασης στα σημεία θραύσης ινών, αλλά δεν βλέπουμε μια ριζικότερη αλλαγή της μονοτονίας της καμπύλης. Εξαιρεση αποτέλεσαν δύο δοκίμια, ένα στις μετρήσεις διαμήκους αντίστασης που παρουσίασε απότομη άνοδο πριν τη θραύση, και ένα στις μετρήσεις εγκάρσιας αντίστασης που παρουσίασε σταδιακή πτώση από ένα σημείο κοντά στο μέσο του πειράματος και μετά.

3. Στα πειράματα με το ρεύμα διαγώνια και την μέτρηση τάσης στο μέσο και διαγωνίως του δοκιμίου είχαμε αποτελέσματα τα οποία δεν δείχνουν να επαναλαμβάνονται. Το κάθε δοκίμιο έδειξε διαφορετική συμπεριφορά και δεν υπήρχε αρκετό απόθεμα δοκιμίων για να επαναληφθούν οι μετρήσεις. Όμως βλέπουμε ότι και στα δύο δοκίμια, από ένα σημείο και μετά το διάγραμμα αλλάζει

μονοτονία και αρχίζει να πέφτει. Παρόμοια συμπεριφορά παρατηρήσαμε και σε μία μέτρηση εγκάρσιας αντίστασης, καθώς και σε ένα προκαταρκτικό πείραμα μέτρησης εγκάρσιας αντίστασης, από αυτά που αναφέρονται στην παράγραφο 3.2.

4. Τα δοκίμια από PP με 6 % MWCNTs είναι όλκιμα έχουν αντοχή περί τα 20 MPa και μέτρο ελαστικότητας περίπου 1 GPa. Η αρχική τους αντίσταση κυμαίνεται στα 500 KΩ, ενώ η σχετική επιμήκυνσή τους στη θραύση είναι 14 % ενώ στην έναρξη της διαρροής είναι μόλις 1 %. Η σχετική μεταβολή της αντίστασής τους φτάνει ακόμα και κοντά στο 380 %, ενώ στο όριο διαρροής βρίσκεται κοντά στο 5 % περίπου.

5. Από τη βιβλιογραφία, αλλά και από παλιότερες μετρήσεις στο εργαστήριο, προκύπτει ότι αυτή η συμπεριφορά παρατηρείται κυρίως όταν η περιεκτικότητα σε νανοσωλήνες είναι κοντά στο όριο διαφυγής. Αντίθετα, όταν είναι αρκετά πάνω από αυτό, τότε η αρχική αντίσταση καθώς και η σχετική μεταβολή της είναι αρκετά μικρότερες, περίπου 500 Ω και 10 % αντίστοιχα. Όμως σε αυτή τη περίπτωση και ο θόρυβος είναι μικρότερος.

6. Αντιθέτως, τα δοκίμια από PEEK με 55 % CFs είναι ψαθυρά, έχουν αντοχή περίπου 1400 MPa και μέτρο ελαστικότητας 130 GPa περίπου. Η σχετική επιμήκυνσή τους στη θραύση είναι 1.15 % και η αρχική τους αντίσταση είναι περίπου 0.5 Ω παράλληλα με τις ίνες και 8 Ω κάθετα σε αυτές, ενώ η σχετική μεταβολή της αντίστασής τους μετά βίας φτάνει το 16 %. Σε αυτά δεν περιλαμβάνονται οι διαγώνιες μετρήσεις καθώς και οι εγκάρσιες μακριά από την πηγή, καθότι εκεί δεν μετράμε παράλληλα με τις δυναμικές γραμμές του ηλεκτρικού πεδίου και την φορά του ρεύματος.

7. Οι μηχανισμοί αγωγιμότητας των δύο υλικών που εξετάστηκαν είναι διαφορετικοί, γι' αυτό έχουμε και διαφορετική ευαισθησία. Στα δοκίμια με νανοσωλήνες η αγωγιμότητα οφείλεται σε φαινόμενα σήραγγας και είναι πιο ευαίσθητη σε μεταβολές της απόστασης μεταξύ γειτονικών σωματιδίων καθώς και όταν δημιουργούνται ρωγμές στη μήτρα. Έτσι έχουμε μεγαλύτερη σχετική μεταβολή της αντίστασης με την αύξηση της σχετικής επιμήκυνσης και κυρίως όταν η περιεκτικότητα σε έγκλεισμα είναι κοντά στο όριο διαφυγής. Αντίθετα, στα ανθρακονήματα η αρχική τιμή της αντίστασης καθώς και η σχετική μεταβολή της είναι πολύ μικρότερες.

Σα γενικό συμπέρασμα, θα μπορούσαμε να πούμε ότι τα δοκίμια με τους νανοσωλήνες άνθρακα ενδείκνυνται για μετρήσεις αίσθησης φθοράς. Αντίθετα, τα δοκίμια με τα ανθρακονήματα, παρότι δεν μπορούμε να πούμε ότι αντενδείκνυνται, παρουσιάζουν δυσκολία στο να δώσουν αξιοποιήσιμα αποτελέσματα.

Βιβλιογραφία

- [1] Ιωάννης Βαρδουλάκης, Τεχνική Μηχανική ΙΙ, Εκδόσεις Συμμετρία, 1998.
- [2] Ι. Ν. Πρασιανάκης, Σ. Κ. Κουρκούλης, Πειραματική Αντοχή των Υλικών, Εκδόσεις Συμμετρία, 1999.
- [3] Ι. Ν. Πρασιανάκης, Σ. Κ. Κουρκούλης, Εργαστήρια Πειραματικής Αντοχής των Υλικών, Εκδόσεις Συμμετρία, 1999.
- [4] Breuer, O. and U. Sundararaj, *Big returns from small fibers: A review of polymer/carbon nanotube composites*. Polymer Composites, 2004. **25**(6): p. 630-645.
- [5] Χρήστος Πανδής, Διδακτορική Διατριβή, Ανάπτυξη και Μελέτη Πολυμερικών Υλικών για Χρήση σε Χημικούς Αισθητήρες, Σχολή Εφαρμοσμένων Μαθηματικών και Φυσικών Επιστημών, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 2009.
- [6] Π. Πίσσης, Διδακτικές Σημειώσεις και Διαφάνειες του Καθηγητή ΕΜΠ Πολύκαρπου Πίσση πάνω στα Νανοσύνθετα Υλικά που Διανεμήθηκαν στα Πλαίσια του 2^{ου} Μέρους του Μαθήματος «Οργανικά Νανοϋλικά» του ΔΠΜΣ «Μικροσυστήματα και Νανοδιατάξεις» του ΕΜΠ κατά το Ακαδημαϊκό Έτος 2009-2010.
- [7] M. Moniruzzaman, K. I. Winey, *Macromolecules* 39 (2006) 5194-5205.
- [8] F. Hussain et al., *J. Comp. Mater.* 40 (2006) 1511-75.
- [9] Dr. Petra Poetschke, από Διδακτικές Σημειώσεις και Διαφάνειες του Καθηγητή ΕΜΠ Πολύκαρπου Πίσση πάνω στα Νανοσύνθετα Υλικά που Διανεμήθηκαν στα Πλαίσια του 2^{ου} Μέρους του Μαθήματος «Οργανικά Νανοϋλικά» του ΔΠΜΣ «Μικροσυστήματα και Νανοδιατάξεις» του ΕΜΠ κατά το Ακαδημαϊκό Έτος 2009-2010, με αναφορά στη Dr. Petra Poetschke, IPF Dresden (Germany).
- [10] A. K. Jonscher, *Dielectric Relaxation in Solids*, Chelsea Dielectric Press, London, 1983.
- [11] R. Zallen, *The Physics of Amorphous Solids*, Wiley, New York, 1983.
- [12] P. Poetschke et al., *Polymer* 44 (2003) 5023-30.
- [13] Pötschke et al. *VDI Berichte* 1920 (2005) 209.
- [14] Pötschke et al. *Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures* **13** (2005), Suppl. 1, 211-224, Pötschke et al. *GAK* **58** (2005) 1, 45-51.

- [15] D. Stauffer and A. Aharony, Introduction to Percolation Theory, Taylor & Francis, London, 1992.
- [16] Xia ZH, Okabe T, Park JB, Curtin WA, Takeda N., Quantitative damage detection in CFRP composites: coupled mechanical and electrical models. *Compos Sci Technol* 2003; 63:1411–22.
- [17] Jie Wen, Zhenhai Xia, Fred Choy, Damage detection of carbon fiber reinforced polymer composites via electrical resistance measurement, *Composites: Part B*, Elsevier, 2010, doi: [10.1016/j.compositesb.2010.08.005](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2010.08.005).
- [18] Park JB, Okabe T, Takeda N, Curtin WA. Electromechanical modeling of unidirectional CFRP composites under tensile loading condition. *Composites, Part A* 2002; 33:267–75.
- [19] Curtin WA. Stochastic damage evolution and failure in fiber-reinforced composites. *Adv Appl Mech* 1999; 36:163–253.
- [20] Park JB, Okabe T, Takeda N. New concept for modeling the electromechanical behavior of unidirectional carbon-fiber-reinforced plastic under tensile loading. *Smart Mater Struct* 2003; 12:105–14.
- [21] Xia ZH, Curtin WA. Modeling of mechanical damage detection in CFRPs via electrical resistance. *Compos Sci Technol* 2007; 67:1518–29.
- [22] Fiedler B, de Jong C. Micro/macro-mechanical approach of first ply failure in CFRP. *J Mater Sci* 2006; 41:6760–7.
- [23] Εμμανουήλ Ν. Πρωτονοτάριος και Μιχαήλ Ε. Θεολόγου, Μαθήματα Ειδικής Ηλεκτροτεχνίας: Γραμμικά Κυκλώματα, Εκδόσεις Συμμετρία, Αθήνα, 1995.
- [24] A.S. Kaddour, F. A. R. Al-Salehi, S. T. S. Al-Hassani, M. J. Hinton, ELECTRICAL RESISTANCE MEASUREMENT TECHNIQUE FOR DETECTING FAILURE IN CFRP MATERIALS AT HIGH STRAIN RATES, *Composites Science and Technology* 51, 1994, 377-385.
- [25] Owston, C.N., Electrical properties of single carbonfibres. *J. Phys., D: App. Phys.*, 3 (1970) 1615-26.
- [26] Al-Bastaki, N.M., PhD thesis, Applied Mechanics Division, UMIST, 1989.
- [27] Erik T. Thostenson and Tsu-Wei Chou, Carbon Nanotube Networks: Sensing of Distributed Strain and Damage for Life Prediction and Self Healing, DOI: [10.1002/adma.200600977](https://doi.org/10.1002/adma.200600977), *Advanced. Materials*, **2006**, 18, 2837–2841.

- [28] M. Nofar, S.V. Hoa, M.D. Pugh, Failure detection and monitoring in polymer matrix composites subjected to static and dynamic loads using carbon nanotube networks, *Composites Science and Technology* 69 (2009) 1599-1606.
- [29] P E Irving and C Thiagarajan, Fatigue damage characterization in carbon fibre composite materials using an electrical potential technique, (1998) 456–466, PII: S0964-1726(98)91534-8, <http://iopscience.iop.org/0964-1726/7/4/004>.
- [30] Maris Knite, Valdis Teteris, Aleksandra Kiploka, Jevgenijs Kaupuzs, Polyisoprene-carbon black nanocomposites as tensile strain and pressure sensor materials, *Sensors and Actuators A* 110 (2004) 142–149, doi: 10.1016/j.sna.2003.08.006.
- [31] X.W. Zhang, Y. Pan, Q. Zheng, X.S. Yi, Time dependence of piezoresistance for the conductor-filled polymer composites, *J. Polym. Sci. B* 38 (2000) 2739–2749.
- [32] S. WANG και D. D. L. CHUNG, SELF-MONITORING OF STRAIN AND DAMAGE BY A CARBON-CARBON COMPOSITE, *Carbon* Vol. 35, No. 5, pp. 621-630, 1997, Copyright © 1997 Elsevier Science Ltd, 0008-6223/97.
- [33] M. Kupke, K. Schulte, R. Schüler, Non-Destructive Testing of FRP by D.C. and A.C. Electrical Methods, *Composites Science and Technology*, 61 (2001) 837-847.
- [34] Γ. Κοκολάκης, Ι. Σπηλιώτης, Εισαγωγή στη Θεωρία Πιθανοτήτων και Στατιστική, 3^η Έκδοση, Εκδόσεις Συμεών, 1999.
- [35] Wang XJ, Wang SK, Chung DDL, Sensing damage in carbon fiber and its polymer–matrix and carbon–matrix composites by electrical resistance measurement. *J Mater Sci* 1999; 34:2703–13.