

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2015 00674

(22) Data de depozit: 21/09/2015

(41) Data publicării cererii:  
30/03/2017 BOPI nr. 3/2017

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA "DUNĂREA DE JOS"  
DIN GALAȚI, STR. DOMNEASCĂ NR. 47,  
GALAȚI, GL, RO

(72) Inventatori:  
• ROȘCULEȚ RĂZVAN-TUDOR,  
STR. TRAIAN VUIA NR. 50, BL. J6, SC. 2,  
ET. 2, AP. 30, GALAȚI, GL, RO;

• FETECĂU CĂTĂLIN, STR. TRAIAN  
NR. 79, BL. B2, SC. 2, ET. 1, AP. 23,  
GALAȚI, GL, RO;  
• STAN FELICIA, STR. CĂLUGĂRENI NR. 11,  
BL. L 1 A, SC. 2, PARTER, AP. 21, GALAȚI,  
GL, RO;  
• SANDU LAURENȚIU, STR. REGIMENT  
NR. 11 SIRET, NR. 14, BL. C13, SC. 3,  
ET. 4, AP. 57, GALAȚI, GL, RO;  
• BELEA RADU,  
STR. ALEXANDRU LĂPUȘNEANU NR. 16,  
BL. B7, AP. 16, GALAȚI, GL, RO

(54) CELULĂ ACTIVĂ PENTRU MĂSURAREA REZISTIVITĂȚII  
ELECTRICE A COMPOZITELOR POLIMERICE  
NANOSTRUCTURATE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o celulă activă pentru măsurarea rezistivității electrice a compozitelor polimerice nanostructurate. Celula activă conform invenției cuprinde un suport (1) prevăzut cu un locaș în care sunt introduse niște probe (4) de material, presate pe niște contacte electrice (6) cu ajutorul unei plăci (2), în care celula activă conține un modul (7) amplificator de măsură, care poate fi conectat, prin niște borne (9, 10, 13), la o sursă de curent constant (14), și, prin alte borne (11, 12), la un voltmetru electronic (20), celula activă având integrată o sursă de alimentare și fiind prevăzută cu o carcasă (8) metalică pentru ecranare.

Revendicări: 1  
Figuri: 4

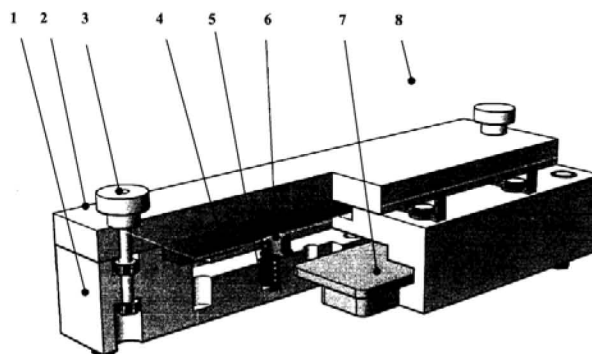
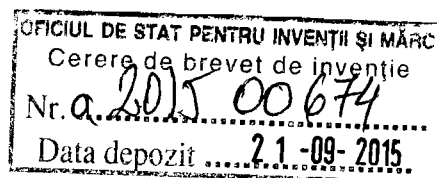


Fig. 1





## Descrierea invenției

### CELULĂ ACTIVĂ PENTRU MĂSURAREA REZISTIVITĂȚII ELECTRICE A COMPOZITELOR POLIMERICE NANOSTRUCTURATE

Invenția constă dintr-un dispozitiv prezentat sub forma unei celule active care permite măsurarea rezistivităților electrice de volum ale materialelor sensibile la metode de măsurare, pentru care nu pot fi utilizate tensiuni sau intensități mari ale curentului electric, așa cum sunt materialele semiconductoare în general și compozitele polimerice ranforsate cu nanotuburi de carbon în special.

Celula activă este destinată utilizării acesteia atât pentru controlul calității materialelor compozite nanostructurate produse industrial, cât și pentru realizarea de cercetări în domeniul științei materialelor.

În cadrul acestei descrieri, în locul termenului de „celula activă pentru măsurarea rezistivității electrice a compozitelor polimerice nanostructurate”, va fi folosit pentru simplificare termenul de „celula activă”.

Celula activă se definește aici ca fiind un dispozitiv a cărui funcționalitate este protejată de anumiți factori perturbatori ai mediului printr-o carcasă și conține un circuit electronic care necesită sursă proprie de alimentare.

Cu privire la măsurarea rezistivității compozitelor polimerice nanostructurate, stadiul actual cuprinde o serie de cercetări în care s-a utilizat tehnica de măsurare în două puncte [1]. Cercetările respective au relevat faptul că aceste nanocompozite prezintă un domeniu foarte mare de rezistivități electrice și sunt puternic dependente de concentrația de nanotuburi de carbon sau de alte nanoparticule electroconductoare.

În cazul compozitelor ranforsate cu nanotuburi de carbon (*CNT – Carbon NanoTubes*), pentru concentrații mai mari sau egale cu 1% CNT, rezistivitățile compozitelor respective se încadrează în domeniul  $(10^2 \div 10^{12}) \Omega \cdot \text{cm}$  [2]. Cele cu concentrații mai mici de 1% CNT sunt mai degrabă electroizolante și pot avea rezistivități de peste  $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$  [3].

Consultând literatura de specialitate, putem spune că instrumentele utilizate până acum pentru a măsura rezistențele electrice din care rezultă apoi rezistivitățile compozitelor polimerice nanostructurate, sunt:

- sursă de tensiune constantă, voltmetru și ampermetru (picoampermetru) cu care se pot măsura rezistențe electrice de până la  $10^{11} \Omega$  [1], [2], [4], respectiv rezistivități de până la  $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ ;

- sursă de curent constant capabilă să furnizeze curenți de ordinul picoamperilor, voltmetru sau electrometru cu care se pot măsura rezistențe de până la  $10^{11}\Omega$  [1], [5], respectiv rezistivități de până la  $10^{10}\Omega\cdot\text{cm}$ ;
- megaohmmetru cu care se pot măsura direct rezistențe de până la  $10^{14}\Omega$  [1], [6], [7] respectiv rezistivități de până la  $10^{13}\Omega\cdot\text{cm}$ ;
- sursă de tensiune constantă, electrometru și ampermetru (picoampermetru) cu care se pot măsura rezistențe de până la  $10^{13}\Omega$  [1], [8], respectiv rezistivități de până la  $10^{12}\Omega\cdot\text{cm}$ ;
- comparator în punte Wheastone cu care se pot măsura rezistențe de până la  $10^{14}\Omega$  [1], respectiv rezistivități de până la  $10^{13}\Omega\cdot\text{cm}$ ;
- instrument pentru măsurarea rezistențelor mari, dotat cu femtoampermetru și cu electrometru utilizat într-un circuit cu o celulă pentru măsurarea rezistivităților mari, cu care se pot măsura rezistențe de până la  $10^{15}\Omega$  [9], [10], respectiv rezistivități de până la  $10^{14}\Omega\cdot\text{cm}$ .

Problemele tehnice identificate în stadiul actual cu privire la măsurarea rezistivităților electrice a compozitelor polimerice nanostructurate sunt:

- mare parte din metodele utilizate până acum pentru măsurarea rezistivităților mari necesită tensiuni aplicate pe probe de peste 500V. Astfel de tensiuni pot duce la depășirea domeniului Ohm, în cazul compozitelor nanostructurate și pot fi afectate atât măsurătorile cât și stuctura internă a materialului;
- celelalte metode în care sunt folosite tensiuni mici aplicate pe probe, care nu depășesc 10V pentru determinarea rezistivității nanocompozitelor, necesită curenți extrem de mici de măsurare, de ordinul picoamperilor. Astfel de curenți necesită pe de o parte, condiții de severe de ecranare și gardare a circuitelor în care sunt introduse probele aflate sub testul de măsurare a rezistivității, iar pe de altă parte sunt necesare instrumente greu accesibile, așa cum sunt electrometrele, femtoampermetrele, etc.;
- metodele de măsurare necesită probe de material cu dimensiuni și forme specifice care nu pot fi utilizate ulterior pentru alte tipuri de măsurări așa cum sunt cele mecanice, cu scopul stabilirii unor corelații directe între rezistivitățile electrice și proprietățile mecanice ale materialelor respective.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția, constă în propunerea unei soluții constructive de celulă activă, care să permită măsurarea pe tot domeniul de rezistivități electrice pe care le au compozitele polimerice nanostructurate, cu tensiuni mai mici de 10V

aplicate pe probe, fără ca măsurările să fie afectate de perturbațiile electrice și electromagnetice ale mediului. De asemenea, invenția permite utilizarea acelorași probe la încercări mecanice de tracțiune, încovoiere, fluaj sau oboseală.

Invenția are următoarele avantaje:

- dispozitivul oferă un domeniu larg pentru măsurarea rezistivităților, respectiv  $(10^2 \div 10^{12}) \Omega \cdot \text{cm}$ , care acoperă tot domeniul necesar de rezistivități în care se încadrează compozitele polimerice nanostructurate;
- pentru a evita modificările structurale ireversibile, specifice compozitelor cu nanotuburi de carbon, metoda de măsură folosește tensiuni de maxim 10V aplicate pe probele de material;
- celula activă în care este introdusă proba de măsurat, având încorporate circuitul amplificator de măsură (16) împreună cu circuitul pentru gardă activă (17), oferă cea mai bună protecție împotriva perturbațiilor electrice și electromagnetice ale mediului;
- metoda de măsurare este nedistructivă și poate utiliza probe de material (4) având formatul epruvetelor halteră de tip 1B conform standardului SR EN ISO 527-4:2000 [11] care pot fi ulterior supuse încercărilor la tracțiune, oboseală, fluaj, etc. Se obțin astfel corelații mai bune între rezistivitatea electrică măsurată și mărimile mecanice determinate ulterior pe aceeași probă de material;
- circuitul de măsurare din care face parte celula activă nu mai necesită electrometru pentru măsurarea tensiunilor sub curenți extrem de mici. Electrometrul fiind un instrument greu accesibil, în locul acestuia poate fi utilizat un voltmetru digital care este mult mai accesibil.

Invenția constă dintr-un dispozitiv prezentat sub forma unei celule active de măsurare în care se montează proba de material (4) și care conține un modul amplificator de măsură (7) realizat cu amplificatorul operațional integrat pentru instrumentație INA116 (16) patentat de Burr Brown [12]. Acest circuit integrat permite măsurarea tensiunilor sub curenți de până la 3fA. Modulul amplificator de măsură are integrată o sursă de alimentare care constă din două baterii de 12V format A23. Ansamblul electronic împreună cu proba de material aflată în circuitul de măsurare al celulei este protejat de influența perturbațiilor electrice și electromagnetice din mediu prin carcasa (8).

Invența este prezentată în continuare, printr-un exemplu de realizare și utilizare a acesteia conform desenelor din:

- **Figurile 1 și 2** care reprezintă un exemplu constructiv de realizare a invenției;

- **Figura 3** care reprezintă schema electronică cu amplificatorul de măsură și circuitele auxiliare;
- **Figura 4** care reprezintă schema bloc a circuitului de măsură în care este utilizată invenția.

Celula activă pentru măsurarea rezistivității electrice a materialelor nanostructurate este construită conform **Figurilor 1 și 2**.

Între suportul celulei active (1) și placa (2) montată cu ajutorul piulițelor randalinate (3) poate fi introdusă într-un locaș special proba de material (4) ce urmează a fi măsurată. Pe fața inferioară a probei (4) sunt presate cu forță constantă prin arcurile (5) contactele electrice (6). Contactele electrice (6) fac legătura electrică dintre probă și amplificatorul de măsură (7). Carcasa celulei active (8) are rol de ecranare și este prevăzută cu capac și găuri prin care pot fi introduși crocodilii cablurilor instrumentelor de măsură.

Bornele (9), (10) și (13) sunt montate pe suportul (1) și fac legătura cu sursa programabilă de curent constant (14) prin crocodilii cablului triaxial (15). Bornele (9) și (13) fac de asemenea legătura electrică cu contactele (6), respectiv cu modulul amplificatorului de măsură (7). Borna (9) reprezintă intrarea HI a amplificatorului de măsură (7) și este conectată la sursa de curent constant (14). Această intrare este protejată de influența mediului prin ecranul interior al cablului triaxial (15) conectat la borna de gardă (10). Borna (13) reprezintă intrarea LO a amplificatorului de măsură (7) la care este conectată sursa de curent constant (14) prin ecranul exterior al cablului triaxial (15). Pentru a asigura circuitului de măsură o referință de tensiune, intrarea LO este conectată la masă.

Bornele (11) și (12) sunt montate pe suportul (1) și fac legătura electrică între ieșirea modulului amplificatorului de măsură (7) și voltmetrul digital (20).

Schema electronică a amplificatorului de măsură (7) este prezentată în **Figura 3** cu amplificatorul operațional pentru instrumentație INA116 (16) și circuitele auxiliare de gardă activă (17), de alimentare (18) și de compensare a offsetului amplificatorului de măsură (19).

Pentru utilizarea invenției se folosește o metodă de măsurare care se bazează pe un circuit de măsurare în două puncte așa cum este prezentat în **Figura 4** din care fac parte celula activă cu proba de material (4) montată în interior, o sursă programabilă de curent constant (14) capabilă să genereze curenți extrem de mici de pînă la  $(10 \div 100) \mu\text{A}$ , la tensiuni de maxim 10V și un voltmetru digital (20).

Utilizarea invenției pentru determinarea rezistivității compozitelor polimerice se efectuează după cum urmează:

1. Se montează celula activă în circuitul electric conform **Figurii 4**;

2. Se introduce proba de material (4) în celula activă;
3. Se măsoară și se notează tensiunea de offset  $V_{off}$  indicată de voltmetrul (20) când sursa de curent constant (14) este setată pentru un curent de 0A;
4. Se setează și se notează curentul  $I_t$  la sursa de curent constant (14) la valori corespunzătoare, astfel încât tensiunea măsurată să nu depășească tensiunea maximă admisibilă de 10V.
5. Se așteaptă până când tensiunea indicată de voltmetrul (20) variază cu mai puțin de 0,01% pe secundă. Se notează tensiunea  $V_m$  indicată de voltmetrul (20);
6. Se calculează rezistența probei de material (4) conform legii lui Ohm, cu efectuarea compensării tensiunii de offset  $V_{off}$ ;
7. Se calculează rezistivitatea electrică  $\rho$  a probei de material (4);
8. Se scoate proba de material (4) din celulă și se repetă procedura de la pasul 2 pentru celelalte probe de material.

21-09-2015

**Revendicare****CELULĂ ACTIVĂ PENTRU MĂSURAREA REZISTIVITĂȚII ELECTRICE A  
COMPOZITELOR POLIMERICE NANOSTRUCTURATE**

1. Celula activă pentru măsurarea rezistivității electrice a compozitelor polimerice nanostructurate **caracterizată prin aceea că** este constituită dintr-un suport (1), în care se pot introduce probele de material sub formă de epruvete halteră de tip 1B conform standardului SR EN ISO 527-4:2000 (4), sau alte probe care să încapă în locașul acesteia din suportul (1), presate pe contacte electrice (6) cu ajutorul plăcii (2), celula activă conține un modul amplificator de măsură (7), care poate fi conectat prin bornele (9), (10) și (13) la o sursă de curent constant (14) și prin bornele (11) și (12) la un voltmetru electronic (20), celula activă are integrată o sursă de alimentare și oferă protecție împotriva factorilor perturbatori electrici și electromagnetici din mediu prin carcasa metalică pentru ecranare (8).

Desene explicative

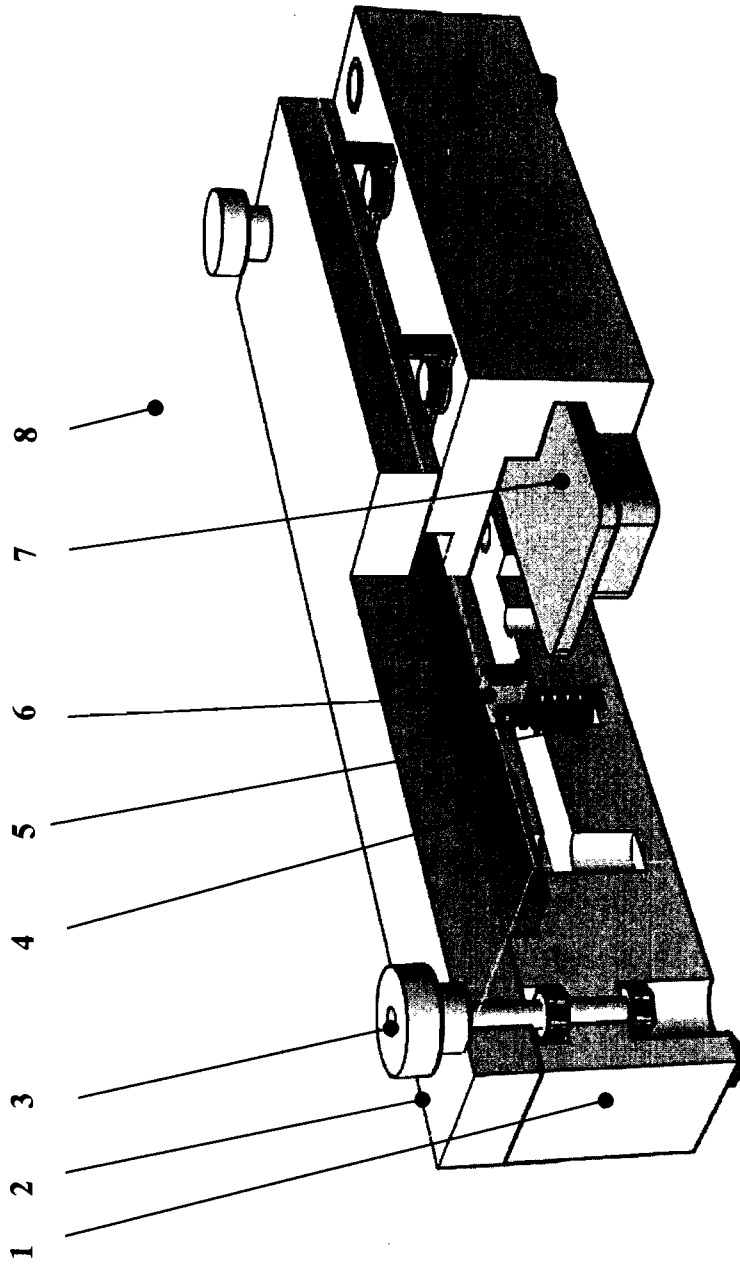


Figura 1



26

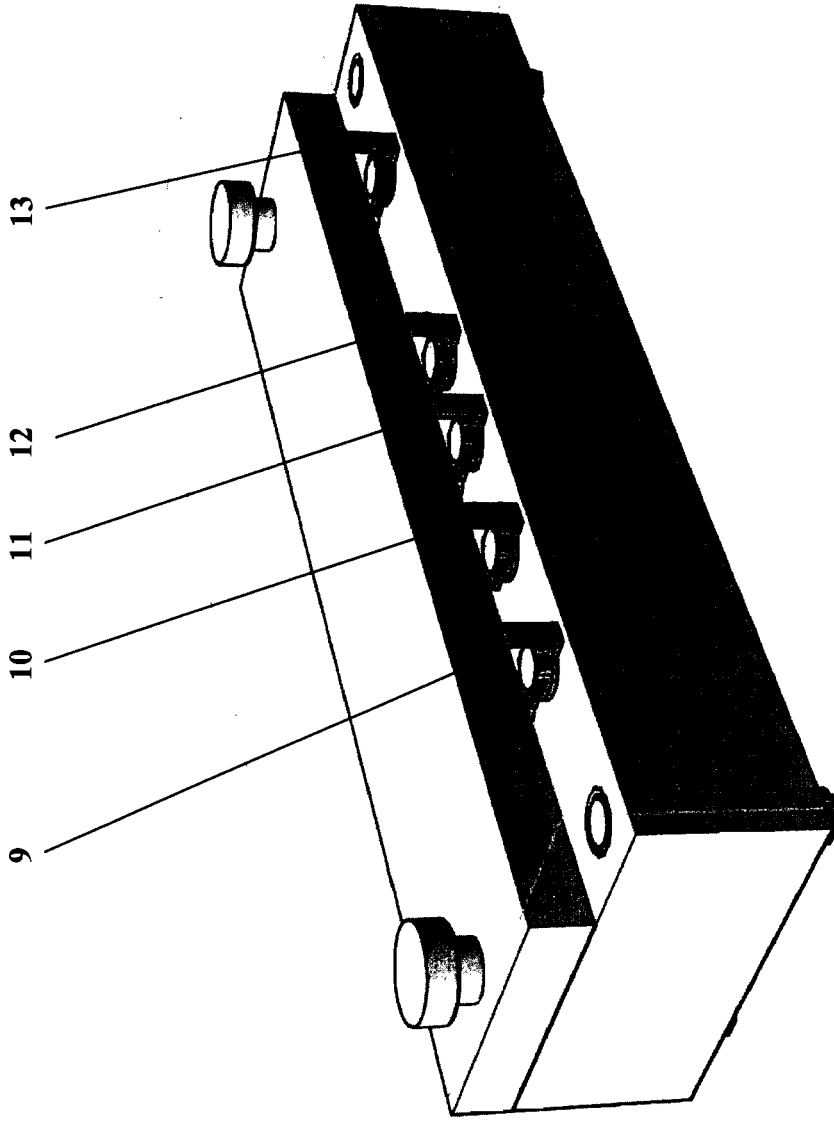


Figura 2

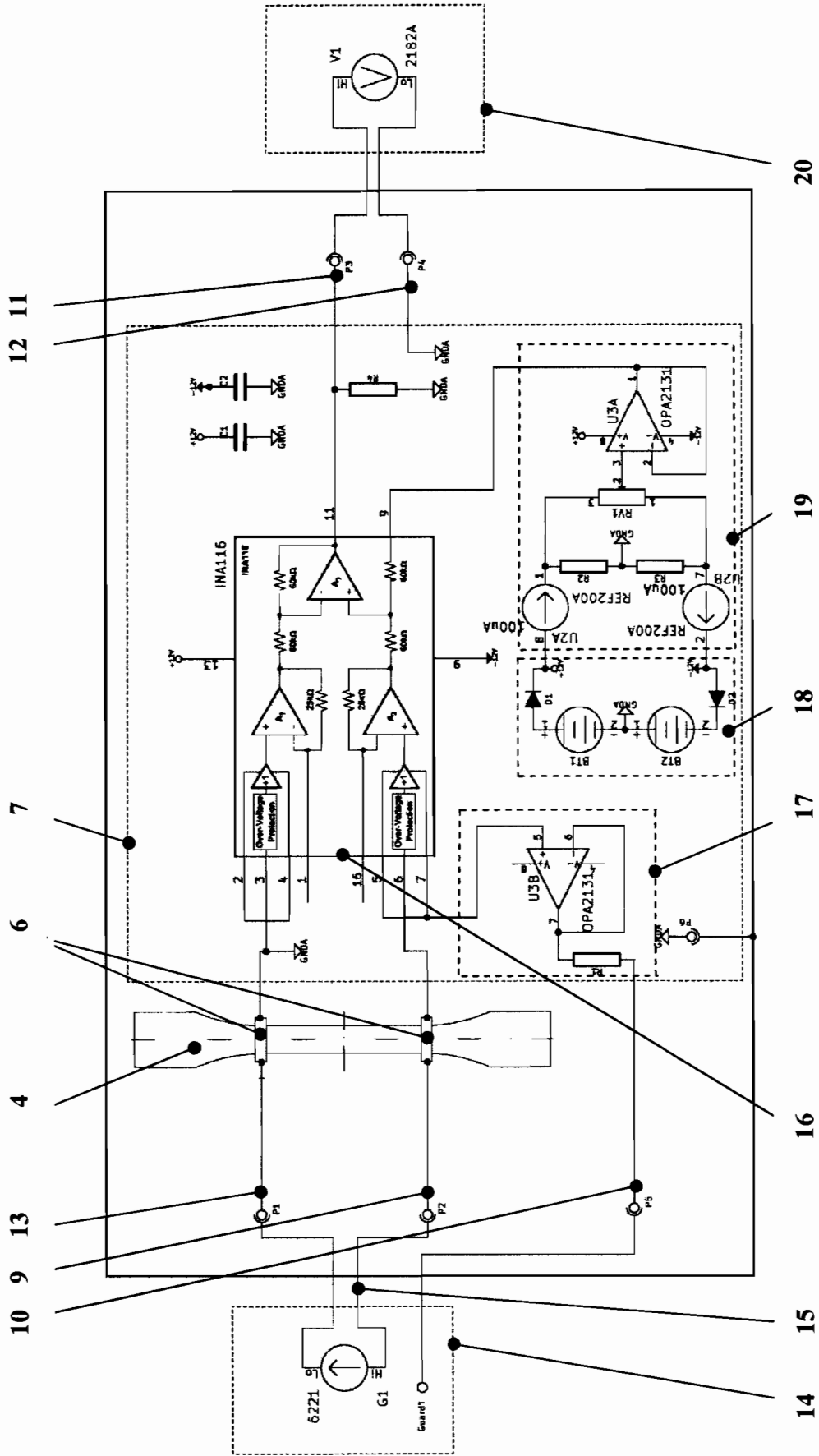


Figura 3

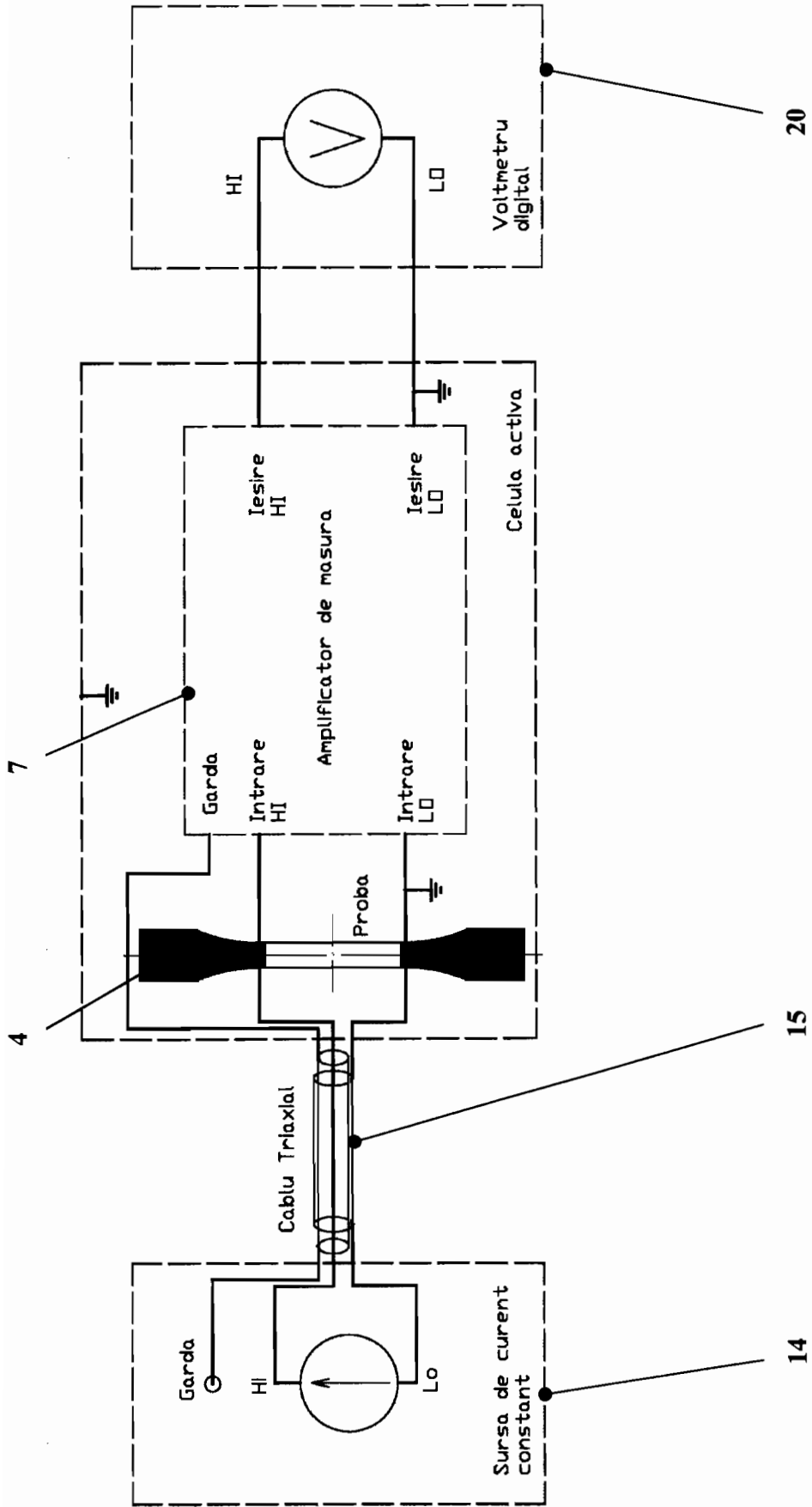


Figura 4