

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **2 205 387** (13) **C2**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

[G01N 24/10 \(2000.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 19.09.2011)
Пошлина: учтена за 4 год с 16.05.2004 по 15.05.2005

(21)(22) Заявка: [2001113361/28](#), 15.05.2001(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.05.2001

(45) Опубликовано: 27.05.2003 Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: EP 0596488 A1, 11.05.1994. US
4891519 A, 02.01.1990. RU 2172042 C2,
10.08.2000.

Адрес для переписки:

**622002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
УГТУ, отдел интеллектуальной
собственности, Т.В.Маркс**

(71) Заявитель(и):

**Уральский государственный технический
университет**

(72) Автор(ы):

**Конев С.Ф.,
Шибаленков Н.А.,
Шибаленков Д.Н.**

(73) Патентообладатель(и):

**Уральский государственный технический
университет**

(54) СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ УГЛЕРОДНЫХ ЖГУТОВ**(57) Реферат:**

Изобретение относится к области контроля упругих свойств углеродных волокон. В качестве промежуточной физической величины определяют g-фактор спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР), который находят путем записи спектра ЭПР при помещении жгута в СВЧ-резонатор спектрометра ЭПР перпендикулярно вектору напряженности магнитного поля, после чего вычисляют модуль упругости углеродного жгута по эмпирической формуле. Техническим результатом изобретения является независимость результатов измерения от способа крепления и натяжения жгута и возможность измерения модуля упругости материала как пластика, так и в виде исходного волокнистого материала.

Изобретение относится к области контроля упругих свойств углеродных волокон и может быть использовано при производстве и применении углеродных волокон в композиционных материалах.

Известен механический (статический) способ измерения модуля упругости химических волокон. Механический способ основан на расчете модуля упругости E на начальном участке диаграммы напряжение-деформация [Б.М. Яворский, А.А. Детлаф. Справочник по физике, Москва, изд. "Наука", стр.405] по формуле $E = d\sigma/dx$, где $d\sigma$ - приращение напряжения; dx - приращение деформации.

В настоящее время используется несколько разновидностей механического способа измерения.

Такой способ требует применения высокоточных испытательных приборов, обеспечивающих запись процесса деформирования и проверки выполнения на данном участке диаграммы закона Гука, что не всегда возможно. Требования к точности датчиков, измеряющих деформацию, возрастают одновременно с ростом модуля упругости измеряемых образцов. Это делает измерения сложными, дорогостоящими и длительными. Кроме того, он не может быть использован для структурных исследований волокон из-за релаксационных процессов, протекающих в них за время измерения.

Известен ультразвуковой способ измерения модуля упругости волокна [ГОСТ 28007-88 Государственный комитет по стандартам, Москва]. Этот способ основан на измерении промежуточной физической величины - скорости распространения упругой волны в материале. С помощью датчика при непосредственном механическом контакте с одного конца волокна возбуждается ультразвуковая волна, на другом конце волокна приемный датчик принимает ультразвуковой сигнал.

Измеряется интервал времени распространения ультразвуковых колебаний между датчиками. При этом скорость ультразвука находят по формуле:

$$V=L/t, (1)$$

где L - база (расстояние между передатчиком ультразвука и приемником);

t - измеренное время прохождения ультразвуком базы.

После чего модуль упругости вычисляют по формуле:

$$E=p \cdot V^2, (2)$$

где p - плотность волокна.

Указанный способ наиболее близок по техническому решению к предлагаемому способу. Поэтому он выбран в качестве прототипа.

Существенным недостатком такого способа является необходимость обеспечения надежного акустического механического контакта датчиков со жгутом, что очень часто приводит к нарушению целостности хрупкого углеродного волокна. При таком способе измерения практически невозможно производить контроль величины E при движении волокна (жгута). Также невозможно измерять модуль упругости волокон в образцах с органическим связующим.

Технической задачей способа является неразрушающий контроль упругих характеристик углеродного волокна (жгута) путем устранения механического контакта с измеряемым волокном и, как следствие, сохранение полной целостности волокна при определении модуля упругости.

Для реализации поставленной цели углеродный жгут линейным размером не менее 5 см помещают в СВЧ-резонатор спектрометра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) без касания стенок резонатора так, чтобы ось жгута была ориентирована перпендикулярно вектору напряженности постоянного магнитного поля (H). После этого производят съемку (запись) спектра ЭПР за время около минуты, что позволяет проводить измерения образца находящегося в движении через сквозное отверстие резонатора.

Записанный спектр ЭПР углеродного жгута, соориентированного указанным образом относительно постоянного магнитного поля, представляет собой синглетную симметричную линию с центром в точке со значением напряженности магнитного поля H_r . Известно [Ч. Пул. Техника ЭПР-спектроскопии. Изд. Мир 1970 г., стр. 459], что g-фактор определяется резонансным полем и частотой радиочастотного поля как:

$$g=h \cdot v/(b \cdot H_r), (3)$$

где h - постоянная Планка;

b - магнетон Бора;

v - частота радиочастотного поля в СВЧ-резонаторе (величина, измеряемая с большой точностью);

H_r - напряженность поля в центре спектра.

По определенному таким образом значению g-фактора вычисляют значение модуля упругости углеродного жгута по эмпирической формуле:

$$E(\text{ГПа})=A \cdot (g-2)^2 - B \cdot (g-2) + C, (4)$$

где A, B, C - постоянные величины, зависящие от типа углеродного волокна (для жгута типа ВМН-4 A=534000, B=4512, C=151).

Вычисленное по формуле (4) значение E и будет конечной величиной модуля упругости углеродного жгута, измеренной этим методом.

Формулу (4) получают в результате многочисленных сравнительных парных измерений статического модуля упругости методом Гука и g-фактора спектров ЭПР

этих же жгутов. Сравнительный анализ базируется на точном регрессионном анализе с установленной доверительной вероятностью в 98%.

Корреляционная связь упругих характеристик углеродного волокна с его спиновым парамагнетизмом объясняется особой организацией надмолекулярной структуры. Надмолекулярная структура углеродного волокна представляет собой смесь кристаллических и аморфных областей. Как известно [Углеродные волокна и углекомпози́ты. Москва, Мир, 1988 г., стр.17, редактор Э. Фитцер, перевод под ред. профессора Ал.Ал. Берлина], размер кристаллической части в надмолекулярной структуре волокна определяет упругие свойства жгутов - при увеличении средних размеров кристаллитов и их ориентации увеличивается модуль упругости волокна. Предельное значение модуля равно теоретическому значению E для кристаллита и оно равно 1060 ГПа.

С другой стороны, величина кристаллической части определяет величину области π -сопряжения и размер делокализации неспаренных π -электронов. С увеличением области делокализации и ориентации вдоль оси волокна растет спин-орбитальное взаимодействие в системе π -электронов. Это при перпендикулярной ориентации оси волокна относительно напряженности поля ведет к увеличению локального магнитного поля в месте расположения парамагнитных центров, отвечающих за спектр ЭПР, а следовательно, и к увеличению g -фактора спектра ЭПР.

В сравнении с ультразвуковым способом (прототип) этот способ имеет существенные преимущества:

- бесконтактный неразрушающий способ измерения;
- минимально необходимый для проведения измерения линейный размер жгута (5см) значительно меньше, чем для любых других известных способов;
- независимость результатов измерения от способа крепления и натяжения жгута;
- возможность непрерывного контроля упругих свойств при движении жгута;
- возможность измерения модуля упругости материала как пластика, так и в виде исходного волокнистого материала. Это дает возможность проводить измерения E для фрагментов конструкций, изготовленных с применением волокнистых материалов.

Формула изобретения

Способ измерения модуля упругости углеродных жгутов путем определения промежуточной физической величины, отличающийся тем, что в качестве промежуточной физической величины определяют g -фактор спектра электронного парамагнитного резонанса (ЭПР), который находят путем записи спектра ЭПР при помещении жгута в СВЧ-резонатор спектрометра ЭПР перпендикулярно вектору напряженности магнитного поля, после чего вычисляют модуль упругости углеродного жгута по эмпирической формуле

$$E(\text{ГПа}) = A \cdot (g-2)^2 - B \cdot (g-2) + C,$$

где A , B , C - постоянные величины.

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: [2001113361](#)

Дата прекращения действия патента: **16.05.2005**

Извещение опубликовано: [20.04.2006](#)

БИ: 11/2006