

SENSORI DI DEFORMAZIONE BASATI SU FILM DI NANOPLACCHETTE DI GRAFENE

A. Rinaldi, A. Proietti, A. Tamburrano, M. Mulattieri, G. De Bellis, M.S. Sarto

Sapienza Università di Roma
Dipartimento di Ingegneria Astronautica, Elettrica, Energetica (DIAEE)
Centro di Ricerca per le Nanotecnologie Applicate all'Ingegneria della Sapienza (CNIS)
Via Eudossiana 18, 00184, Roma

Parole chiave: *sensori piezoresistivi, grafene, deposizione spray*

Il monitoraggio in tempo reale dello stato tensionale e della deformazione dei materiali permette di sviluppare strategie prognostiche per il controllo dell'integrità strutturale con lo scopo di aumentare la sicurezza e ridurre i costi di manutenzione. Estensimetri a griglia metallica, a semiconduttore e reticoli di Bragg in fibra ottica sono generalmente utilizzati per le misure di deformazione. La ricerca nel campo del monitoraggio strutturale ha tra i vari obiettivi quello di realizzare sistemi integrati di sensori altamente sensibili per il rilevamento di piccole deformazione in grado di realizzare un'accurata analisi locale non distruttiva [1].

L'attività del gruppo di ricerca EMC/nanotecnologie dell'unità di Roma Sapienza si è focalizzata di recente sullo sviluppo di nuovi sensori di deformazione caratterizzati da un'elevata risposta piezoresistiva per bassi valori di strain, realizzati da film dello spessore compreso tra 10 e 20 micron, ottenuti dalla deposizione di nanoplacchette di grafene (GNP) mediante tecnologia spray o drop casting [2], [3].

I GNP vengono prodotti attraverso un processo diviso in due fasi. La prima fase consiste nel sottoporre della grafite intercalata ad un forte shock termico. La conseguente sublimazione degli intercalanti determina un aumento delle distanze tra i piani grafitici e la formazione di strutture worm-like.

La seconda fase consiste nell'esfoliazione in fase liquida della grafite espansa fino all'ottenimento dei GNP [4], [5]. In particolare la grafite espansa viene messa in sospensione in 1-propanolo ed ultra sonicata a temperatura controllata. La scelta dell'1-propanolo è dettata dal fatto che è un alcool volatile con un basso punto di ebollizione, un'alta pressione di vapore e maggiormente eco-compatibile se confrontato con gli usuali solventi utilizzati nell'esfoliazione in fase liquida della grafite [6].

Le immagini ottenute con microscopi a forza atomica (AFM) e a scansione elettronica (SEM) presso il laboratorio SNN-Lab della Sapienza hanno mostrato che i GNP prodotti sono caratterizzati da uno spessore medio di circa 5 nm (Fig.1) e dimensioni laterali comprese fra 1 e 5 μm (Fig.2(a)).

Il film di GNP è realizzato per drop casting (Fig.3(a)) o mediante tecnica spray (Fig.3(b)) su di un substrato di policarbonato avente uno spessore di 6 mm, larghezza di 25 mm, lunghezza di 12 cm ad una temperatura costante di 30°C ed umidità del 29% così da mantenere sotto controllo l'evaporazione del solvente. Sul substrato sono stati realizzati preliminarmente i contatti elettrici e una maschera polimerica rimovibile con il fine di delimitare l'area di deposizione.

Mediante microscopia SEM è stato possibile osservare l'evoluzione della morfologia superficiale dei film prodotti prima e dopo i test elettromeccanici. In Fig.2(b) si evidenzia l'orientamento casuale delle nanoplacchette depositate sul substrato; in seguito alle sollecitazioni meccaniche subite durante i test, le nanoplacchette di grafene tendono ad orientarsi parallelamente alla superficie del substrato (Fig. 2(c),(d)). Inoltre i sensori ottenuti attraverso deposizione spray mostrano una superficie più omogenea rispetto a quelli ottenuti per drop casting, e pertanto, risultano più facilmente riproducibili.

I test elettromeccanici sono stati condotti sollecitando a flessione i diversi sensori prodotti secondo la norma ASTM D730-03 [7] e misurando contemporaneamente la variazione di resistenza elettrica mediante misure voltamperometriche. I risultati hanno mostrato una crescita esponenziale della resistenza effettiva del materiale per carichi progressivamente crescenti. L'effetto piezoresistivo è attribuibile principalmente all'aumento delle distanze interparticellari durante la fase di carico [8]. E' stato inoltre dimostrato che eventuali fenomeni di isteresi e rilassamento possono essere mitigati attraverso un opportuno pre-condizionamento meccanico: ripetuti cicli alterni di carico e scarico determinano un'effettiva stabilizzazione della risposta del sensore (Fig.3(c)).

La sensibilità (gauge factor) al termine della stabilizzazione (Fig.4) dei sensori ottenuti con entrambe le tecniche di deposizione risulta essere superiore di uno o due ordini di grandezza per piccole deformazioni (strain inferiore al 0.2%) rispetto a quella dei tradizionali strain gauges commerciali.

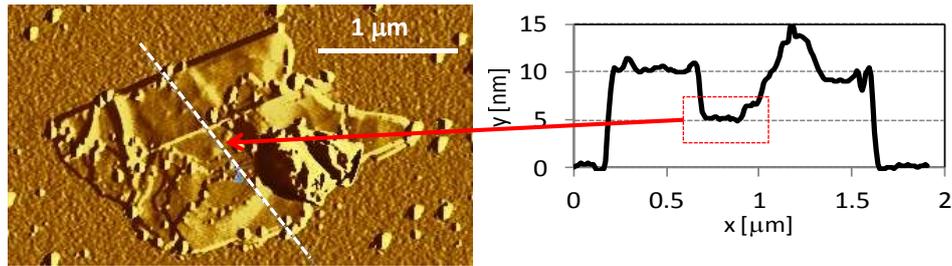


Figura 1 Immagine AFM di un GNP

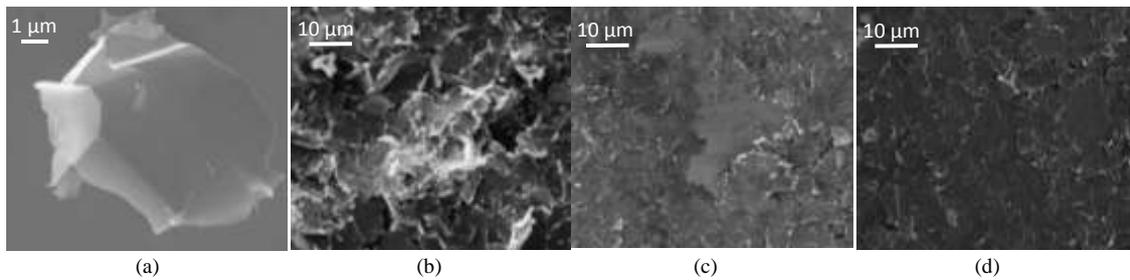


Figura 2 Immagine SEM di un GNP (a), di un film deposto mediante tecnica spray (b), di un film realizzato mediante drop casting (c) e deposizione spray (d) dopo i test a flessione.

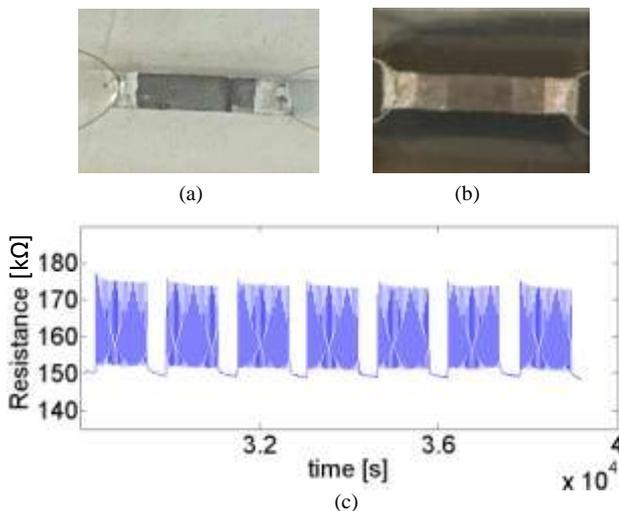


Figura 3 Sensore prodotto per drop casting (a) e spray casting (b); variazione della resistenza del sensore prodotto per drop casting durante cicli di carico e scarico alterni a flessione al termine della stabilizzazione meccanica (c) [2].

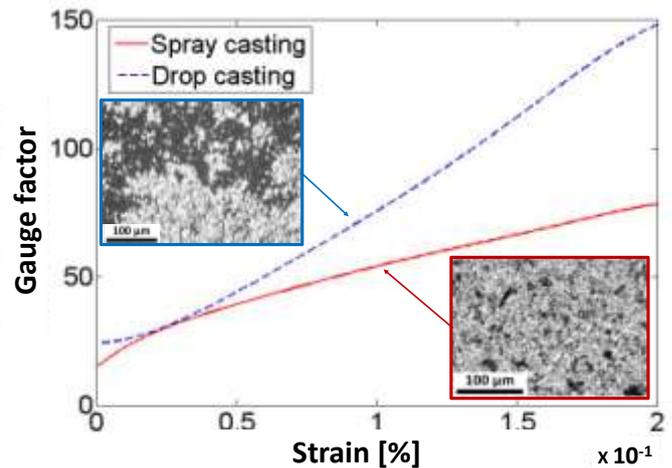


Figura 4: Gauge factor in funzione della deformazione dei sensori dopo la stabilizzazione meccanica [2]. Le immagini al microscopio ottico presenti all'interno del grafico mostrano il grado di omogeneità superficiale dei due tipi di sensori.

Bibliografia

- [1] A. Tamburrano, F. Sarasini, G. De Bellis, A. D'Aloia, M. S. Sarto, *Nanotechnology*. 24(2013), 465702.
- [2] A. Rinaldi, A. Proietti, A. Tamburrano, G. De Bellis, M. Mulattieri, and M.S. Sarto "Multilayer Graphene-based films for strain sensing" *IEEE Nano 2014*, Toronto 17-21 August 2014.
- [3] A. Rinaldi, A. Tamburrano, G. De Bellis, F. Marra, M. S. Sarto, "Graphene-based piezoresistive strain sensors obtained via spray deposition technique", *Graphene 2014 Tolosa*, 5-9 May 2014.
- [4] G. De Bellis, A. Bregnocchi, S. Di Cio, A. Tamburrano, M.S. Sarto, "Effect of sonication on morphology and dc electrical conductivity of graphene nanoplatelets-thick films", *Nanotechnology (IEEE-NANO)*, 2013 13th IEEE Conference on, pp .885 – 889.
- [5] G. De Bellis, A. Tamburrano, A.G. D'Aloia, F. Marra, L. Paliotta, A. Bregnocchi, M.S. Sarto, "Enhancement of the DC electrical conductivity of Graphite Nanoplatelets through the control of the process parameters", *Graphene 2013*, Bilbao, April 23-26 2013.
- [6] E.Y. Choi, W.S. Choi, Y.B. Lee, "Production of graphene by exfoliation of graphite in a volatile organic solvent", *Nanotechnology* 22 (2011).
- [7] ASTM D730-03 "Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials" www.astm.org.
- [9] Hu N, Karube Y, Yan C, Masuda Z and Fukunaga H, "Tunneling effect in a polymer/carbon nanotube nanocomposite strain sensor", *Acta Mater.* 56 2929–36, 2008.