

TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
Matemaatika-loodusteaduskond
Füüsikainstituut

Rait Rand

FIIBRILISTE MATERJALIDE SUBSTRAADILE
KANDMISE TEHNOLOOGIA

Magistritöö

Tehniline füüsika

Juhendajad:
PhD Tanel Tätt
PhD Raavo Josepson

Tallinn 2011

*Deklareerin, et käesolev magistritöö on minu iseseisva töö tulemus.
Esitatud materjalide põhjal ei ole varem akadeemilist kraadi taotletud.
Kinnitan, et antud töö koostamisel olen kõikide teiste autorite seisukohtadele, probleemi-
püstitustele, kogutud arvametele jmt viidanud.*

Töö autor

(allkiri ja kuupäev)

Töö vastab magistritööle esitatavatele nõuetele.

Juhendaja

(allkiri ja kuupäev)

SISSEJUHATUS	4
1. FIBRITE VALMISTAMINE	7
1.1. ERINEVAD NANOFIBRITE VALMISTAMISE TEHNOLOOGIAD	7
1.2. FIBRITE TEKITAMISEL KASUTATAV LÄHTEAINE	8
1.3. JÄRELTOOTLUS	9
2. TEOREETILINE SIMULATSIOON	10
2.1. VOOLAMISE IDENTIFITSEERIMINE	10
2.2. VISKOOSSETE VEDELIKE TÕMBAMINE FIBRIKS	12
2.3. ESMANE SIMULATSIOON	12
3. RIISTVARA KIRJELDUS	15
3.1. RIISTVARA ÜLDISELOOMUSTUS	15
3.2. NIHKELAUA MEHHAANIKA	17
3.3. TELJE MOOTORITE VÕIMENDID	19
3.4. TELJE MOOTORID	19
3.5. MUUDETAVATE SEADISTUSTE NIMEKIRI.....	20
4. PROGRAMMI KIRJELDUS	22
4.1. KOMMUNIKATSIOON	22
4.2. NÕUDED PROGRAMMILE	23
4.3. PROGRAMMI ÜLES-EHITUS	24
5. KATSED	31
5.1. KATSETE PLANEERIMINE.....	31
5.2. ESMANE KATSESEERIA	33
5.3. ESMASE KATSESEERIA TULEMUSED.....	36
5.4. ESMASE KATSESEERIA KOKKUVÕTE NING JÄRGMISE KATSE PARAMEETRID	37
5.5. TEINE KATSESEERIA.....	38
5.6. TEISE KATSESEERIA TULEMUSED	41
5.7. TEISE KATSESEERIA KOKKUVÕTE NING JÄRGMISE KATSE PARAMEETRID	48
5.8. KOLMAS KATSESEERIA	49
6. TULEMUSED	53
KOKKUVÕTE.....	54
KASUTATUD ALLIKAD.....	55
SUMMARY	57
TÄNUAVALDUSED	58
LISAD	59

SISSEJUHATUS

Miniatuursete tehnoloogiliste lahendite kasutamine, olgu siis optikas, elektroonikas või meditsiinis, võimaldab reeglina seadmete suuremat töökiirust ja täpsust. Tulenevalt põhimõttelistest eelistest on üha väiksemate seadmete konstrueerimine ülemaailmses plaanis isevoolu kulgev protsess. Ometigi tuleb iga konkreetse lahendi loomiseks luua sobilik tootmistehnoloogia ja seda sageli juba alusuuringute faasis.

Väikesemõõtmeliste tehnoloogiliste lahendite loomise eelduseks on materjalid vastavate komponentide loomiseks. Üks oluline sedasorti materjalide klass on keraamilised fiibrid, mis lähteainest või tootmistehnoloogiast sõltuvalt leiavad rakendust nii fotoonikas [1], meditsiinis [2] kui ka mikromehhaanikas [3]. Mikro- ja nanomehhaanikas on fiibri üks olulisemaid omadusi nende märkimisväärne kõvadus, mis sageli ületab kordades makroskoopiliste analoogide vastavaid näitajaid.

Stabiilne ning vähest praaki andev mikrofiibri tootmine tagab head eeldused nii saadud materjali omaduste uurimiseks, kui ka nende hilisemaks rakendamiseks. Seda põhjustel, et protsessi parameetrid on hästi kontrollitavad. Samuti väldib kontrolli all olev tootmistehnoloogia (tootmiseks kasutatav mehhaanika) fiibri omaduste varieerumise tootmisprotsessi tõttu. Saadud materjalide omaduste uurimisel saab sellega kindel olla, et uuritakse ikka fiibri omadusi ja mitte kontrollimatutest tootmisprotsessi parameetritest põhjustatud kõrvalekaldeid. Stabiilne, ning kontrollitud tootmisprotsess on heaks eelduseks erinevate lähte-ainete katsetamisel ja sellesuunaliste arenduste teostamisel.

Antud töö eesmärgiks seati: töötada välja tehnoloogia, mis võimaldaks kanda fiibrilisi SnO₂ materjale substraadile mõnekümne mikronilise täpsusega defineeritud pinnapunktide vahele. Lisaks stabiilsusele annab loodav tootmisprotsess võimaluse tekitada fiiber juba lõplikus rakenduses kasutatava seadme pinnale.

Töö aktuaalsus on seotud asjaoluga, et antud hetkel puuduvad tehnoloogiad seadmete loomiseks, mis koosneks suuremal hulgal kontrollitud parameetritega keraamilistest fiibritest substraadi pinnal. Sellisteks seadmeteks oleksid potentsiaals näiteks optilised ja elektrilised gaasi sensorid. Viimane on võimalik, kuna vastavate materjalide

elektrijuhtivus on väga tundlik gaasikeskkonnale (muutus on mitmeid suurusjärke) [4]. Üheks võimalikuks rakenduseks vastavale tehnoloogiale võiks olla ka interferentsil baseeruvate optiliste loogikaelementide loomine [5]. Üks juhtivamaid teadlasi antud valdkonnas on prof. Eric Mazur, kellega meil on olemas kontakt ja kes on vastava tehnoloogia ja meie poolt sünteesitud materjalide vastu huvi üles näidanud. Sünteesitud materjalide eelised praegu kasutatavate ränioksiidmaterjalide ees oleksid seotud eeskätt nende väga kõrge optilise tihedusega, sool-geel meetodil sünteesitud SnO_2 murdumisnäitaja on kirjanduse andmeil vahemikus 2-2,3 [6], samas kui SiO_2 murdumisnäitaja on 1,45. Madala murdumisnäitaja tõttu tuleb SiO_2 fiibreil baseeruvad süsteemid konstrueerida optiliste kadude vältimiseks väga väikese murdumisnäitajaga materjali pinnale, milleks hetkel kasutab vastav uurimisgrupp SiO_2 -l baseeruvaid aerogeele. Viimased on aga äärmiselt kehvade mehaaniliste omadustega materjalid ega saa olla seetõttu aluseks reaalses tootmises. Ka on SnO_2 heaks keskkonnaks mitmesugustele kiirgavatele lisanditele, mistõttu saab neist materjalidest lihtsasti konstrueerida optilisi seadmeid milles on võimalik valguse genereerimine otse materjalis.

Töö uudsus seisneb selles, et meile teada olevalt ei ole varem analoogset tehnoloogiat kasutatud keraamiliste materjalide otse pinnale tõmbamiseks. Üldse piirdub printsiibi kasutamise varasem kirjeldus kolme meile teada oleva artikliga, kus seda on kasutatud pinnapunktide ühendamiseks orgaaniliste fiibriga [7].

Planeeritava tulemini jõudmiseks seati eesmärgiks järgmiste tööülesannete täitmine:

- Leida mikrofiibriga parameetrid mille korral nad ei korral tõmmatud fiibrid ei puruneks edasiste töötluste käigus.
- Fiibriga põhiparameetrite (pikkus, läbimõõt) võimalike piirväärtuste välja selgitamine.
- Nanofiibriga tootmiseks vajalikku tarkvara ja riistvara väljatöötamine ning töökindluse testimine.
- Fiibriga tootmist mõjutavate tootmisparameetrite identifitseerimine, parameetrite muutmisvahemike piiride leidmine ning nende mõju fiibriga

Antud töös kirjeldatakse esmalt fiibriga valmistamise tehnoloogiat ning lähteainet, millele järgneb teoreetiline simulatsioon. Teoreetilise simulatsioonis analüüsitakse

kasutatava lähte-aine voolamist, et luua teoreetiline mudel ning selgitada välja võimalikud põhiparameetrid. Tehnilise lahenduse osas kirjeldatakse konstrueeritud riistavara omadusi, nõudeid tarkvarale ning tarkvara arenduse käiku vastavalt leitud puudustele ja soovitud lisavõimalustele. Peale esmase tarkvara loomist alustatakse praktilisi katseid, mille tulemused andsid uusi ideid tarkvara arendamiseks. Katsete planeerimisel ning tulemuste analüüsil kasutatakse nii graafilisi kui analüütilisi meetodeid leidmaks nii parameetrite mõju fiibritele kui ka parameetrite endi vahelist sõltuvust. Töös kirjeldatud kolm katseseeriat on ajalises järjestuses. Iga katseseeria analüüsi järgselt pannakse paika muudatused ning suunad järgmise katseseeria jaoks. Kolme katse-seeria vahele jäi veel mitmeid väiksemahulisi katseseeriaid, et kontrollida muudatuste ning parameetrite muutuste mõju fiibritele. Väikesemahulised lisakatsed olid tarvilikud ajakulu kui ka materjalikulu vähendamiseks, kuna suuremahulised katseseeriad on aja ja materjali kulukad, samuti on ebaratsionaalne hakata suuremahulise katseseeria ajal muutma protsessi parameetreid.

Katseseeriade analüüsiga selgitatakse välja parimad protsessi parameetrid, nende mõju saadud fiibritele ja kontrollida teoreetilises osas püstitatud hüpoteeside paikapidavust.

1. FIIBRITE VALMISTAMINE

1.1. Erinevad nanofiibrite valmistamise tehnoloogiad

Lihtsustatult on mikrofiibrite valmistamisel kaks tehnoloogilist ideed:

- *Bottom-up* ehk põhjast üles on tehnoloogia kus fiiber moodustatakse väiksemaid osasid kokku liites, näiteks keemiline sadestamine [8].
- *Top-down* ehk tipust alla on tehnoloogia mille puhul fiiber moodustatakse suuremast toorikust ehk mõõtmete vähendamise teel. Selline tehnoloogia on näiteks fiibrite tõmbamine toorikust või elektriline rotatsioonitõmbamine (ingl. electrospinning) [8].

Mõlemal tehnoloogial on omad eelised ja puudused, bottom-up puhul on probleemiks näiteks vajaliku puhtusastme saavutamine tööstuslikus keskkonnas. Top-down puhul aga kasvõi mikromõõtmetes tooriku saamine. Samuti on top-down tehnoloogia oluliselt odavam kui bottom-up [8]. Antud töös väljatöötamisel olev tehnoloogia liigitub top-down kategooria alla. Nii nimetatud toorikuna kasutusel olev viskoosseid sooli on lihtne, kiire ning odav saada. Ka on võimalik viskoosseid sooli läbi düüsi suruda ning sedasi tekitada fiiber juba vajaliku koha peale. Polümeersete fiibrite saamise meetodeid top-down ideed kasutades on mitmeid. Tabel nr. 1 võrdleb omavahel viite erinevat top-down tehnoloogiat [9].

Tabel nr. 1

Top-down tehnoloogiate võrdlus [9]

Protsess	Tehnoloogiliselt kasutatav	Korratavus	Kontroll fiibri parameetrite üle
Drawing e. tõmbamine	Labor	Jah	Ei
Template synthesis e. sabloon süntees	Labor	Jah	Jah
Phase separation e. faasiline eraldamine	Labor	Jah	Ei
Self-assembly e. ise-eneslik moodustumine	Labor	Jah	Ei
Electrospinning e. elektriline rotatsioonitõmbamine	Labor (potentsiaaliga tööstuses)	Jah	Jah

Fibri tõmbamise tehnoloogiat kirjeldatakse antud töös detailsemalt, kuid ülejäänud tehnoloogiate mõistmiseks on allolevalt neid põgusalt kirjeldatud.

- Šabloon sünteesi puhul kasutatakse fibri lähteaine läbi surumist näiteks mingist poorse materjali kihist, mille tulemusena läbi surutud lähteainest tekivad fiibrid [10].
- Faasiline eraldamise idee on ainete kokkusegamisel kasutada ära nende füüsilist kokku sobimatust ning näiteks temperatuuriga töödeldes eraldada ainest erinevad oleku faasid [11].
- Iseenesliku moodustumise mehhanism seisneb molekulaarjõudude ära kasutamises, kus väiksemate osade kokkutõmbel moodustub makromolekulaarne nanofiiber [12].
- Elektriline rotatsioonitõmbel kasutatakse elektrostaatilist jõudu, et polümeerist moodustada fiibreid [12].

Tabelis nr. 1 olevate väidete järgi ei ole tõmbamise tehnoloogial potentsiaali tööstuses kasutamiseks ning fibri parameetrid ei ole kontrollitavad [9]. Kuid, peale tõmbamise, ei ole ükski nendest fibri saamise meetoditest võimeline tekitama üksikut fiibrit. Antud töös üritatakse saavutada tööstusele sobiv fiibrite valmistamise protsess tõmbamise tehnoloogiat kasutades.

1.2.Fiibrite tekitamisel kasutatav lähteaine

Uute lähteainete otsingud et leida laialdaselt kasutatavale SiO_2 materjalile alternatiivi on hoogustumas. SiO_2 kahjuks räägib näiteks tema madal murdumisnäitaja (1,45) mis sunnibki tegelema uute materjalide otsinguga.

Et saada lähte alkoksiidist sobilike omadustega (ing. *spinnable*), jaoks venitav lähteaine, peab seda kas väikese koguse veega polümeriseerima või siis termiliselt töötleva. Käesolevas töös kasutatud viimast, viskoosne lähteaine on saadud $Sn(OPe)_4$ termilisel töötlusel polümerisatsioonireaktsioonide [6] tulemina. Vastavaid keemilisi protsesse on põhjalikult uurinud prof. Vadim Kessler [13] kellega meie töögrupil on koostöö, koos on esitanud taotlus finantseeringu saamiseks Rootsi riigi poolse Visby programmi raames.

Teatavasti on ainult piklikke osakesi sisaldavad ained fiibriteks tõmmatavad. Soolis moodustunud polümeeridest peavad moodustama lineaarsed ahelad, et aine oleks hästi tõmmatav. Antud töös katsetel kasutatava $Sn(OBu)_4$ näol on tegemist metallalkoksiidse ainega, mille keemilised omadused ja saamise täpsem kirjeldus on nähtav lisas 1.

1.3.Järeltöötlus

Enamik rakendusi, mis oleksid huvitatud kasutama fiibreid, eeldab, et fiiber oleks stabiilne nii kujult kui materjalilt ja vaba orgaanilistest lisanditest. Selline nõue, seab fiibrite tootmise puhul suured nõuded järeltöötlusele. Kuumutades, töödeldes laseriga [14], ultraviolet valgusega [15] või mõne muu meetodiga on võimalik saada nõutud puhas polüanokristalliline materjal.

Kuumutades eralduvad orgaanilised ained, 300-400°C juures, kus süsinik oksüdeerub ning toimub ka kristalliseerumine. Veel kõrgematel temperatuuridel kristalliseerumine jätkub. Sool-geel meetodiga saadud ainest tehtud fiibrite puudused järeltöötamise kohapealt on kuumutamise tõttu tumenemine, pragunemine ja matistumine [16].

Üldjuhul fiibrid diameetriga alla 50 µm ei mõrane ajas ega ka termiliselt töödeldes. Kuumutamise käigus, kui aset leiab orgaaniliste lisandite oksüdeerumine e. põlemine, materjali tihedus kasvab ning oksiidkehendi mõõtmed vähenevad kuni kaks korda. Viimane viib tugevate pingete arenemisele materjalides, eriti siis kui materjalid on ebasümmeetrilise kujuga või paigutatud alusele, mis oma mõõtmeid ei muuda. Samas on katsed näidanud, et mõne mikromeetrise diameetriga fiibrid ei purune isegi siis, kui nad on jäigalt pinnale kinnitatud. Selline terveks jäämine on põhjendatav mõõtmete kahanemisega vaid diameetri arvelt, samas kui pikkus jääb materjalil muutumata. Analoogselt käituvad ka õhukesed kiled mis kuumtöötamise käigus muutuvad õhemaks kuid ei mõrane.

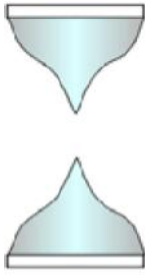
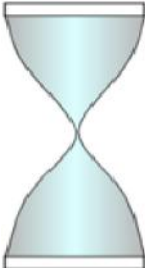
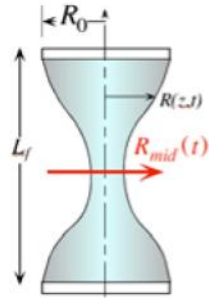
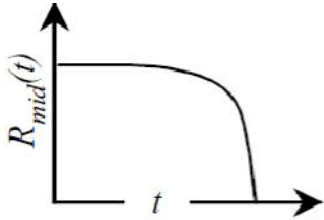
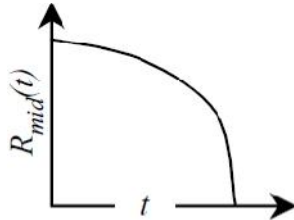
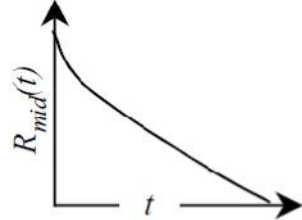
2. Teoreetiline simulatsioon

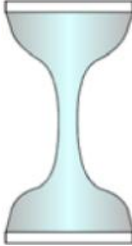
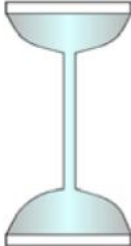
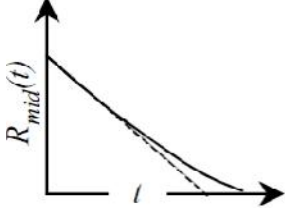
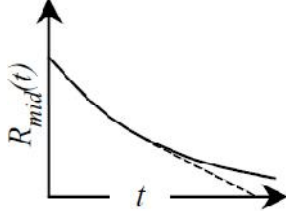
2.1. Voolamise identifitseerimine

Matemaatilise mudeli väljatöötamiseks on tarvilik teada millise voolamistüübiga on tegu antud aine puhul. Tabelis nr. 2 on välja toodud 5 erinevat voolamise tüüpi [17].

Tabel nr. 2

Voolamise tüübid, aine voolamisel tekkiva diameetri vähenemise ja aja seos [17].

Bingham Plastic	Power Law Fluid	Newtoni vedelik
		
		

Nõrgalt elastne vedelik	Elastne vedelik
	
	

Vastavalt simulatsioonidele ning aine reoloogilisele uurimisele selgitati välja, et antud aine käitub vastavalt viskooselastse vedeliku mudelile. Teoreetilise simulatsiooni viis läbi Dr. Medhat Hussainov, vastavalt Dr. Tanel Tähtelt saadud andmetele. Täielik raport on nähtav lisas 2.

Lisaks fiibriks moodustumise kujule, erineb viskooselastse vedelik tavalisest nn. newtoni vedelikust selle poolest et temast ei kao pinge koheselt kui voolamine on lõppenud, vaid esineb ajast sõltuv elastne reageering voolamisele [18]. Kuna ainet surutakse läbi mikropipeti, siis lisaks voolamise elastsele reageeringule võib teatud oludes (sõltuvalt valitud mikropipeti diameetrist ning survest millega surutakse ainet mikropipetist välja) esineda elastne reageering ka mikropipetist välja surumisele.

Elastse vedeliku fiibriks muutumise analüütiline kuju avaldub järgnevalt [19]:

$$\frac{R_{mid}(t)}{R_0} \approx \left(\frac{GR_0}{2\sigma} \right)^{\frac{1}{3}} \exp\left(\frac{-t}{3\lambda} \right) \quad \text{Valem nr. 1 [19]}$$

kus

$R_{mid}(t)$ tekkinud fiibri minimaalne raadius. Nähtav ka tabelis nr. 1 oleval joonisel.

R_0 fiibri tekitamiseks vajamineva alg-allika raadius. Nähtav ka tabelis nr. 1 oleval joonisel.

σ vedeliku pindpinevus

λ vedeliku pingetest vabanemise aeg

G elastsusmoodul mis avaldub viskoossuse (η) ja pingete kadumise aja (λ) suhtena. Nagu valemist nr. 1 näha, on eksponent osal fiibri tekkimise varajases staadiumis väike mõjususe funktsiooni väljundile, kuna eksponentfunktsiooni argument läheneb nullile. Tabelis nr. 1 olevas elastse vedeliku aja ning raadiuse suhte graafikus on eksponentfunktsiooni vähene mõju näidatud kujutletava sirgega. Ajafaktori suurenedes aga suureneb eksponentsiaalse osa roll väljundile, ning fiibri raadius hakkab eksponentsiaalselt vähenema, kuna eksponentfunktsiooni argument on negatiivne.

Polümeeri kontsentratsiooni suurendades suureneb ka pingetest vabanemise aeg (λ) [20]. Koos λ suurenemisega väheneb eksponentfunktsiooni argument, ning sellega väheneb ka fiibri raadiuse vähenemise eksponentsiaalsus. Teisisõnu fiibri läbimõõdu vähenemine aeglustub.

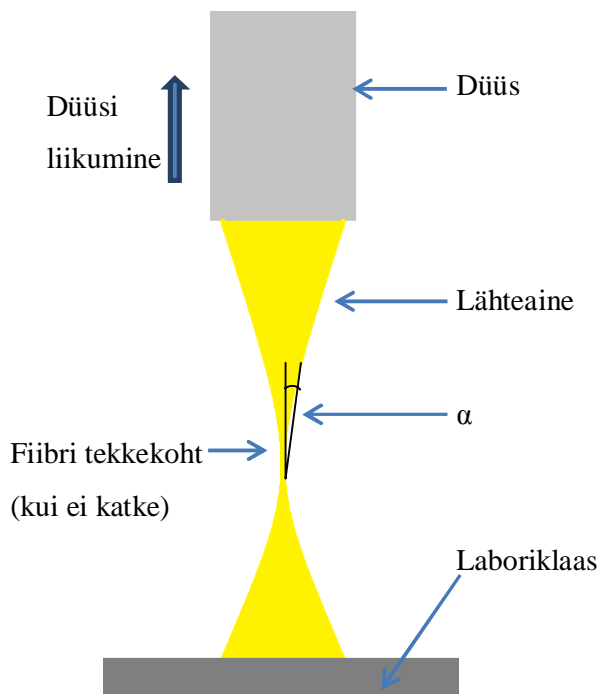
2.2. Viskoosete vedelike tõmbamine fiibriks

Antud seadme jaoks tehtavas teoreetilises simulatsioonis on huvipakkuvad teemad:

- Fiibri pikkuse ja läbimõõdu sõltuvus seadme seadistusest. Düüsisit väljunud aine geomeetrisel kujul sõltuvus seadme seadistusest.
- Fiibri teoreetilised võimalikud parameetrite ekstreemumid (katkemispunkt, minimaalne läbimõõt)

Nagu ka töö eesmärkides kirjas (vt. sissejuhatust) on vaja töötada välja seadme juhtimise programm, koostada stabiilne katseplaan ning vajadusel muuta kasutatavaid mehhaanilisi lahendusi. Nendest eesmärkidest lähtuvalt uurib teoreetiline simulatsioon fiibri läbimõõdu ning kuju ja muutujate vahelisi seoseid.

2.3. Esmane simulatsioon



Joonis nr. 1 Fiibri tekitamine düüsi liigutamise teel.

Kui tegu on konstantse aine voolamise kiirusega, mis antud juhul ka on, siis saab kirjeldada välja voolanud aine fiibriks muutumise nurka (α) (Joonis nr. 1) massi pidevuse võrrandist lähtuvalt.

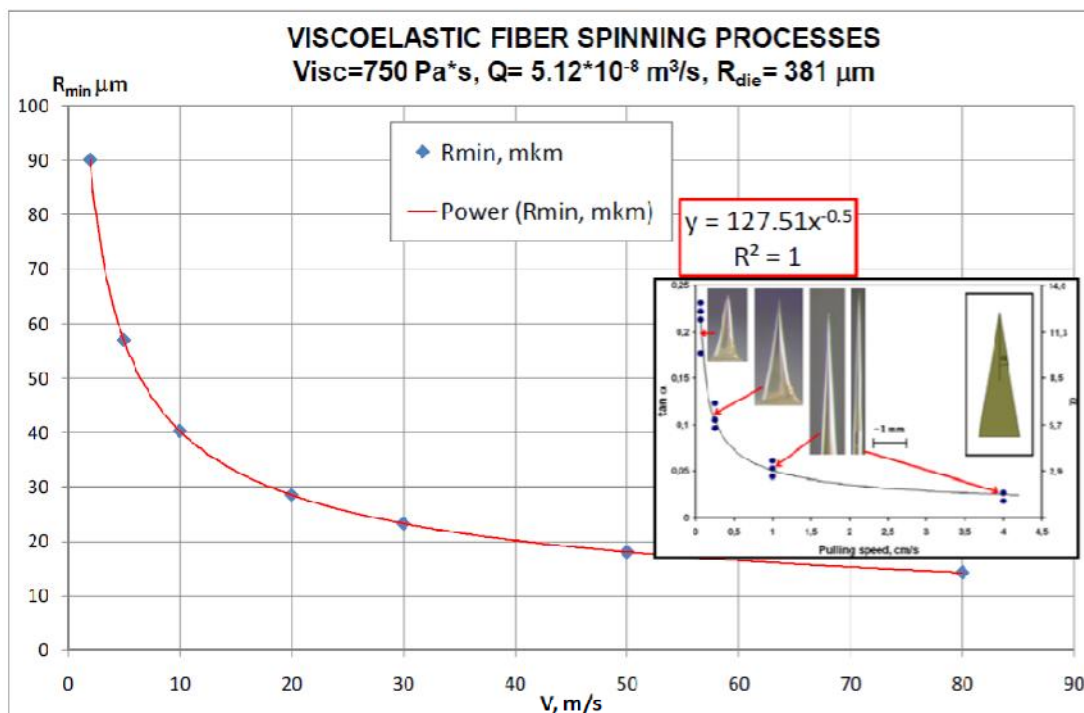
$$\tan(\alpha) = \frac{C}{\sqrt{v_p}} \quad \text{Valem nr. 2 (vt. lisad 2)}$$

v_p düüsi liikumise kiirus

C konstantne suurus

Valem nr. 2 kirjeldab düüsisit välja voolava aine läbimõõdu vähenemise kiirust ning selle sõltuvust düüsi liikumise kiirusest

Graafikul nr. 1 olev väike graafik kujutab Valemi nr. 2 graafilist kuju, kust on näha, et konstantse pealevoolu korral düüsi liikumise kiiruse (x-telg) suurenedes fiibri tipu läbimõõt $\tan(\alpha)$ (y-telg) väheneb eksponentsiaalselt ning suurematel düüsi kiirustel jääb lähenema mingile $\tan(\alpha)$ väärtusele.

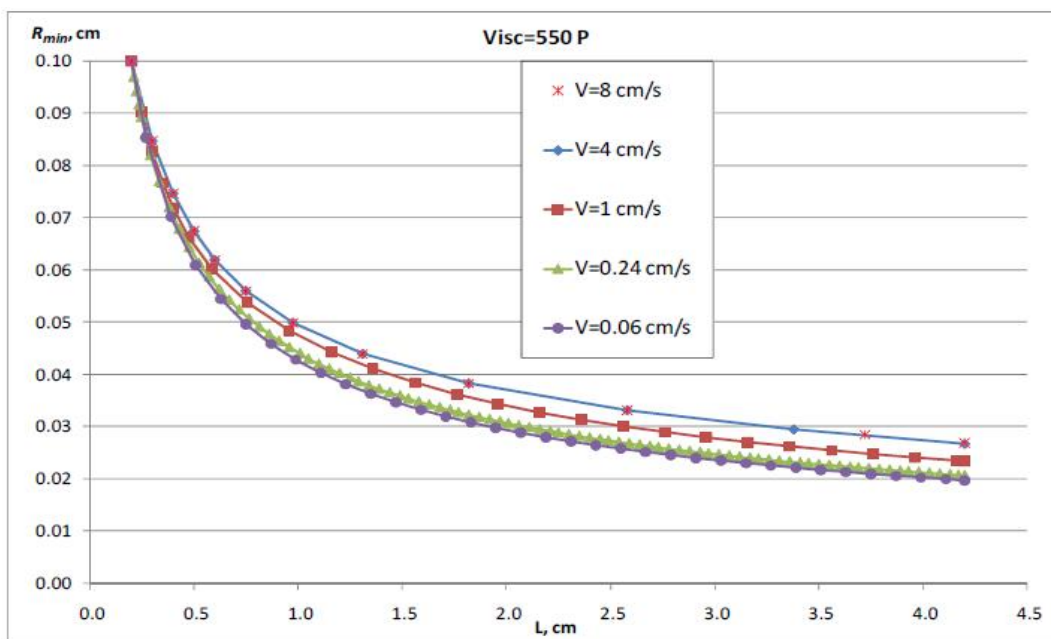


Graafik nr. 1 Fiibri läbimõõdu sõltuvus mikropipeti liikumise kiirusest (vt. lisa 2)

Eeldatavalt sõltub terveks jäänud fiibri diameeter aine voolamisest (pealevoolust läbi mikropipeti) ja mikropipeti liikumise kiirusest (vt. lisa 2). Graafikul nr. 1 on näha simuleeritud fiibri läbimõõtude sõltuvus mikropipeti liikumise kiirusest. Vastavalt teoreetilistele simulatsioonidele (vt. lisa 2) ei sõltu fiibri võimalik minimaalne läbimõõt, vahetult enim fiibri katkemist, välistest protsessi parameetritest nagu näiteks düüsi liikumise kiirus (graafik nr. 1 ei kajasta fiibri võimalikku minimaalset läbimõõtu). Kui aga minimaalse läbimõõduga fiibrit ei saavutata, siis on fiibri läbimõõt sõltuvuses protsessi parameetritest, seda saab järeldada ka Graafikust nr. 1 (vt. lisa 2), kus on näha et võimalik minimaalne fiibri läbimõõt jääb lähenema mingile väärtusele. Minimaalne diameeter enim fiibri katkemist sõltub aine viskoossusest ja pindpinevusest (vt. lisa 2), seega minimaalset võimalikku diameetrit ei saa muuta seadistuse parameetreid muutes.

Katse parameetreid muutes on eesmärgiks saavutada mitte katkenud fiibrid mille diameeter on lähedane võimalikule minimaalsele diameetrile ehk diameetrile mis oli vahetult enne katkemist.

Lisaks fiibri läbimõõdu ning düüsi liikumise kiiruse sõltuvuse simuleerimisele, huvitab ka fiibri diameetri sõltuvus fiibri pikkusest. Kuna aine pealevool on fiibri tootmise protsessi jooksul konstantne, siis eeldatavalt on fiibri pikkusel düüsi liikumise kiirusega võrreldes analoogne mõju. Teisisõnu, mida suurema läbimõõduga on fiiber seda suurem on fiibri pikkuse mõju fiibri läbimõõdule. Fiibri pikkuse mõju fiibri läbimõõdule väheneb, mida väiksemaks on fiibri läbimõõt läinud. Selline käitumine on nähtav fiibri pikkuse mõju simulatsiooni graafikul (Graafik nr 2). Selgelt on graafikul nr. 2 nähtav, et fiibri läbimõõt jääb lähenema mingile väärtusele ning fiibri pikkuse mõjus on fiibri minimaalsele läbimõõdule väikestel läbimõõtudel (y-teljel väärtused 0.02 kuni 0,03) on väike võrreldes fiibri pikkuse mõjususele suurematel fiibri läbimõõtudel (y-teljel väärtused 0.03 kuni 0,1) .



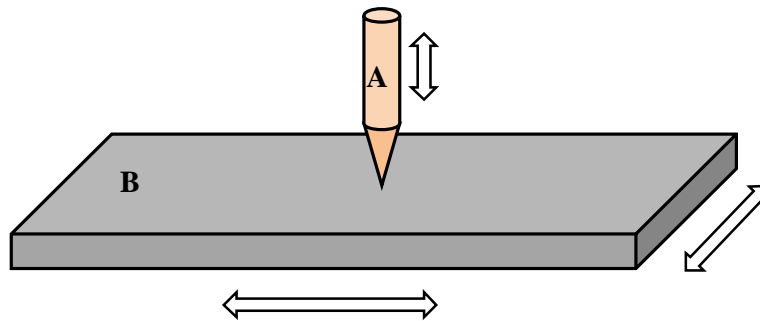
Graafik nr. 2. Fiibri läbimõõdu sõltuvus fiibri pikkusest (vt. lisad 2).

Täielik teoreetiline simulatsioon on teostatud Dr. Medhat Hussainov'i poolt ning nähtav lisas 2

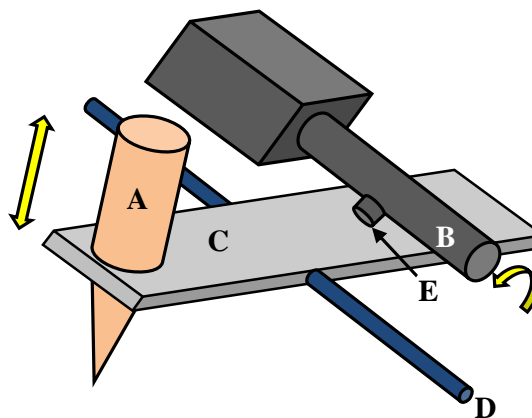
3. Riistvara kirjeldus

3.1. Riistvara üldiseloostus

Fiibrite tõmbamiseks välja pakutud mehhanika näol on tegemist kahes horisontaalses suunas liikuva alusega (edaspidi nihkelaud, Joonis nr. 2 detail B) mille kohale on lisatud vertikaalselt (üles-alla) liikuv düüs (Joonis nr. 2 detail A) kust lähteaine välja voolab. Düüsi all olevat lauda horisontaalselt liigutades (2 mootorit) ning kombineerides laua liikumisega düüsi vertikaalset liikumist (1 mootor) on võimalik laual asuvale laboriklaasile tõmmata soovitud pikkusega fiibreid. Lihtsustatud kujul mehhaanilised liikumised on kirjeldatud joonisel nr. 2.



Joonis nr. 2 Kasutusel oleva mehhanika kinemaatika



Joonis nr. 3 Düüsi vertikaalse liigutamise lihtsustatud skeem

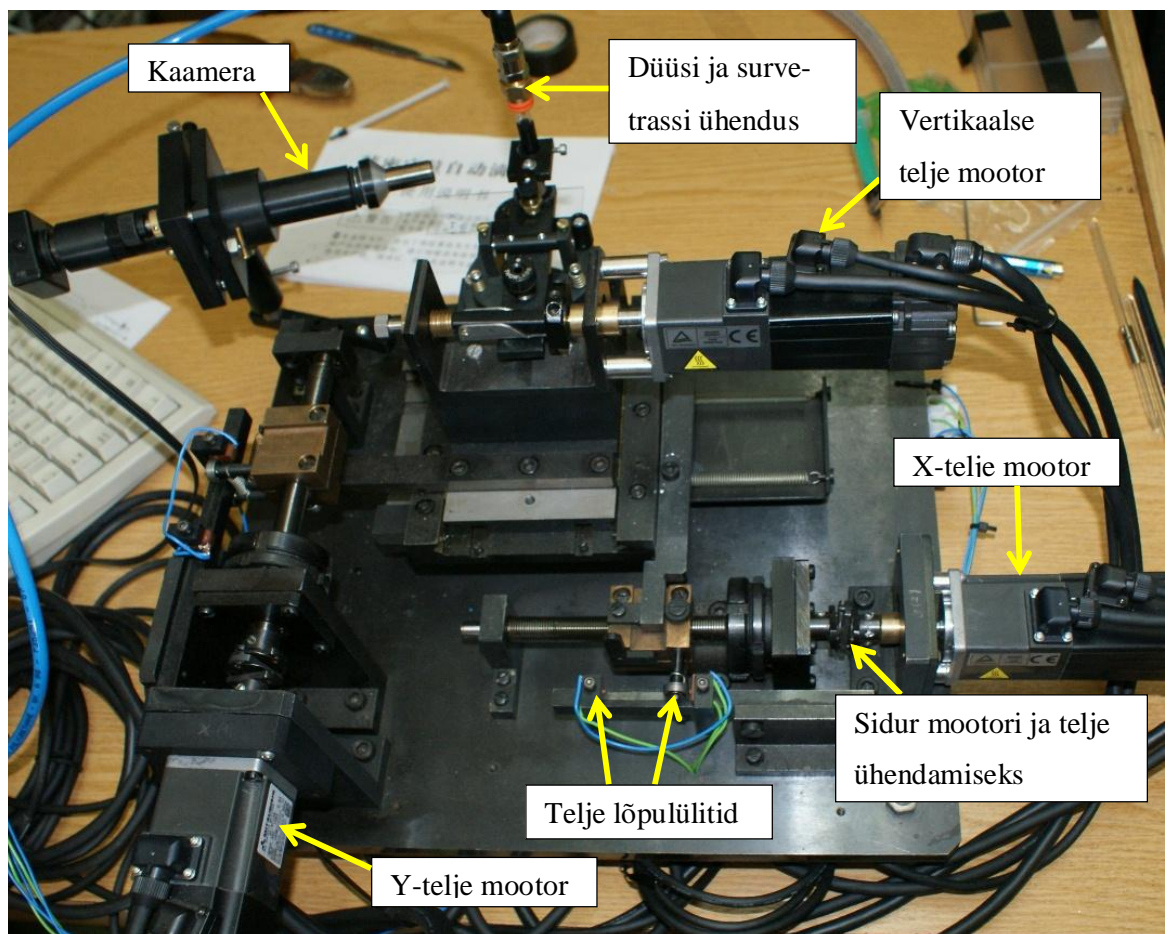
Düüsi vertikaalsuunalise liigutamise mehhanism on toodud joonisel nr. 3. Mootori võlli (B) keeramisega surutakse (võllil oleva kõrgema osaga E tugiplaadi võlli B poolne ots alla) saavutatakse düüsi (A) vertikaalsuunaline liikumine, läbi tugiplaadi (C), mis on kinnitatud omakorda võlli (D) külge. Düüsi (A) vertikaalse liikumise kontroll hakkab toimuma kontrollides mootori võlli (B) pöördenurka.

Kõigi 3 mootori (2 mootorit nihkelaua liigutamiseks ja 1 mootor düüsi vertikaalseks liigutamiseks) liikumiste kontrollimine hakkab toimuma personaalarvuti juhtimisel. Ühendamaks mootorid personaalarvutiga, on vajalikud mootoritele võimendid. Vältimaks mehhaanilisi vigastusi seadmele, tuleb kasutusele võtta ka piirlülid.

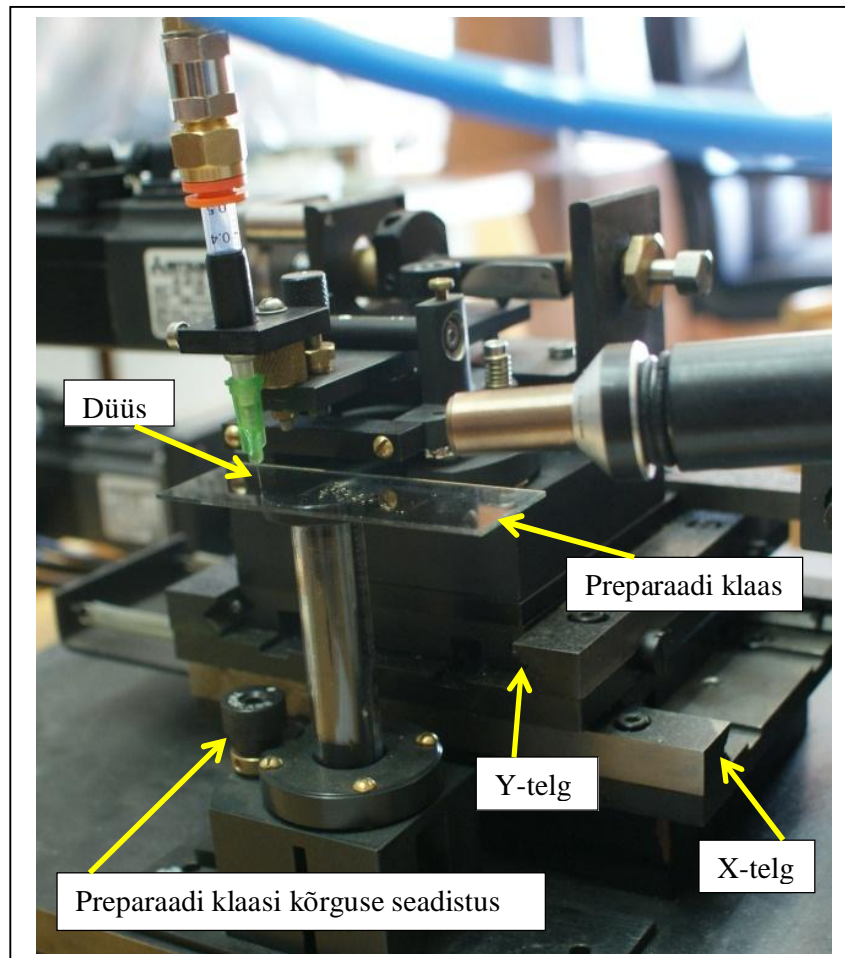
3.2.Nihkelaua mehhaanika

Kirjeldamiseks nihkelaua mehhaanikat ning toimimise põhimõtteid tuuakse välja antud nihkelauale spetsiifilised omadused. Kirjeldatu illustreerimiseks on lisatud ka foto seadmest koos tähtsamate elementide kirjeldusega (Pilt nr. 1).

- Nihkelaua on võimalik liigutada 2-teljega.
- Nihkelaua x ja y telje liigutamiseks kasutatakse tigu ülekannet, mis on ühendatud siduriga servomootori külge.
- Tigu ülekande samm on 1,2mm (ühe täispöördega liigub laud 1,2mm)
- Aine pealevoolu avamiseks kasutatav kolmas mootor tõstab/langetab vertikaalselt pipetti.



Pilt nr. 1 Seade ning tähtsamad komponendid



Pilt nr. 2 Foto seadmest

Nimekiri pildil nr 2 kujutatud tähtsamatest elementidest:

- Düüs mis on ühendatud rõhu all oleva trassiga.
- Arvutiga ühendatud kaamera kontrollimaks düüsi seisukorda ning aine voolamise kiirust.
- Preparaadi klaas kuhu kantakse düüsisist väljuv aine.
- Horisontaalse liikumise teljed (X ja Y telg)

3.3. Telje mootorite võimendid

Võimenditena on kasutusel Mitsubishi servomootori võimendid tähisega MR-J3-10A

Võimendi tootjapoolsed karakteristikud on välja toodud lisas 4. Alljärgnevas loetletakse üles tähtsamad võimendite parameetrid koos kirjeldustega antud seadme sihtotstarvet silmas pidades.

3.3.1. Täpsus

Olulisemaks võimendi karakteristikuks antud seadme puhul on resolutsioon ehk mitmeks sammuks on jagatud mootori täispööre. Võimendi MR-J3-10A signaalitäpsusega on täispööre jagatud 262144 sammuks [21], ehk mootori asukohta saab määrata täpsusega $\frac{2\pi}{262144}$ rad.

Vastavalt olemasolevale ülekandele, kus täispööre tähendab 1,2mm liikumist saab arvutada positsioneerimise täpsuse $\frac{1,2}{262144}$ mm. Saadud tulemus on arvutuslik ning olemasolevate mõõteseadmetega kontrollimatu.

Antud seadme töös on oluline saavutada täpsus 0,1mm, vastavalt mehhaanilise disaini dokumentidele (joonised, mudelid, mõõtmistulemused paber kandjatel ning osaliselt kadunud, korrektseks vormistuseks tuleks joonised uuesti teha, mis ei ole antud töö eesmärk).

3.4. Telje mootorid

Mootoritena on kasutusel Mitsubishi servomootorid tähisega HF-KP13B. Mootori tootjapoolsed karakteristikud on välja toodud lisas 5. Järgnevalt on selgitused nihkelaua liikumise tehniliste detailide kohta, lähtuvalt mootorite ning võimendite karakteristikutest.

Mootorite ja võimendite vaheline elektriline ühendus on standardühendus mis tootjapoolselt (Mitsubishi) määratud, ühenduste skeem on nähtav lisas 3.

3.4.1. Kiirus

Maksimaalne kiirus mootoril on 3000 p/min, mis ülekannet arvestades teeb maksimaalseks telgede liikumise kiiruseks

$$1,2 \left[\frac{mm}{p} \right] \bullet 3000 \left[\frac{p}{min} \right] = 3600 \left[\frac{mm}{min} \right] = 60 \left[\frac{mm}{s} \right]$$

Etteantud hinnavaheemiku ning saadavust arvestades oli sellise kiirusega mootor ainuvõimalik. Suurendades maksimaalset kiirust mootorite vahetamise teel tuleks ka ümber teha seadme konstruktsioon ning kinnitused alusele. Etteruttavalt võib ütelda, et kiiruse vahemik mida mootor võimaldab on igati sobilik, kuna kasutatavaks kiiruste vahemikuks kujunes 10 mm/s kuni 30mm/s.

3.4.2. Kiirendus

Kiirenduse seadistuseks kasutatakse kiirenduse konstanti, mis kirjeldab aega seadistatud kiiruse saavutamiseks. Seadistamise ühikuks on määratud ms, kuna tegu ei ole standardse kiirenduse ühikuga, siis täpsem selgitus kasutatava kiirenduse ühiku kohta on punktis 3.5

3.4.3. Moment

Mootori maksimum moment on 0,32Nm püsivalt ning 0,95Nm lühiajaliselt (käivituse ajal).

Kuna momendi seadistuse võimalus ei ole seadme puhul oluline siis kasutatakse maksimum momendiga seadistust, mis on piisav mehhaanika liigutamiseks.

3.5. Muudetavate seadistuste nimekiri

Seadme ning juht-programmi loomise käigus saadud nimekiri parameetritest mis on olulised ning peavad olema muudetavad katsete tegemisel.

Tabel nr. 3 kirjeldab tarkvaraga muudetavaid parameetreid.

Programmiliselt muudetavate parameetrite nimekiri (autori koostatud).

Muudetav parameeter	Ühik	Seadistatav vahemik	Seadistamise täpsus
X-telje kiirus	mm/s	0..60	0,1 mm/s
Y-telje kiirus	mm/s	0..60	0,1 mm/s
Vertikaalne kiirus	°/sek	0..3000*360	1 °/sek
X-telje liikumise distants	mm	0..46	0,1 mm
Y-telje liikumise distants	mm	0..46	0,1 mm
Vertikaalse liikumise distants	°	0..360	1°
Kiirendus kõigil mootritel	ms	0..20000 [4]	1 ms

Kuna Tabelis nr. 3 kasutatavad ühikud ei ole üldlevinud või SI ühikud, siis antud tabel vajab täpsustavaid märkusi:

- Vertikaalse kiiruse ühikuks on °/sek ning vertikaalse distantsi ühikuks on °, kuna seadme konstruktsiooni tõttu muudetakse vertikaalset liikumist mootori telje pöördliikumise kaudu. Täpsem joonis ning kirjeldus punktis 3.1
- Kõigi mootorite kiirenduse programmiliselt seadistatavaks ühikuks on märgitud sekund. Selline ühiku määratlus on seotud mootori seadistamise eripäraga ning kujutab endas tegelikult aega mis kulub lõppkiiruse saavutamiseks ehk teisendusena lahti kirjutatult.

$$\frac{\text{lõppkiirus}}{\text{aeg}} = \text{kiirendus}$$

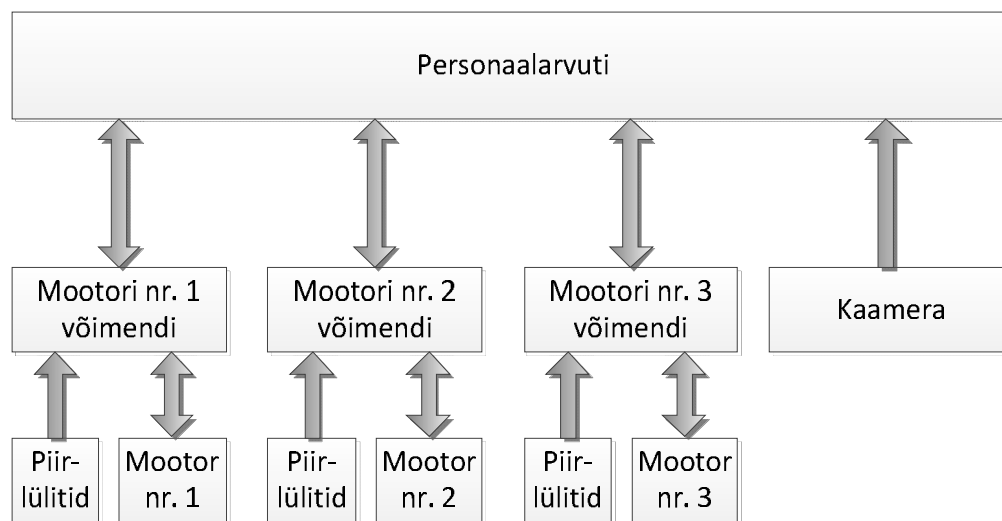
Nimetajas olev aeg ongi programmiliselt muudetav kiirenduse muutuja.

- Detailsem kirjeldus seadistatavate parameetrite vahemikest on punktides 3.3.1, 3.4.1, 3.4.2

4. Programmi kirjeldus

4.1. Kommunikatsioon

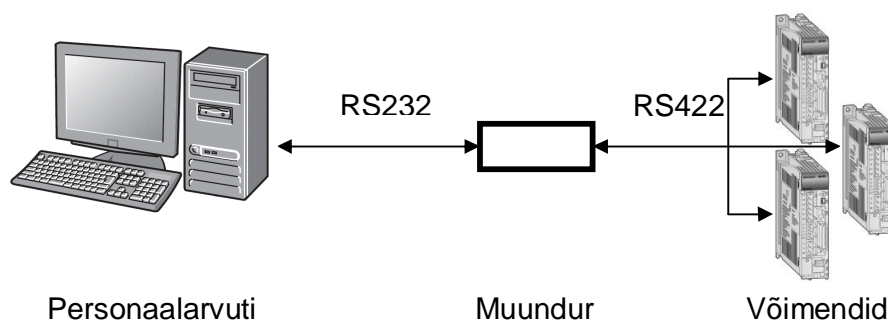
Planeeritud ja ka teostatud kommunikatsiooniskeem on nähtav joonisel nr. 4



Joonis nr. 4 Kogu süsteemi kommunikatsiooniskeem

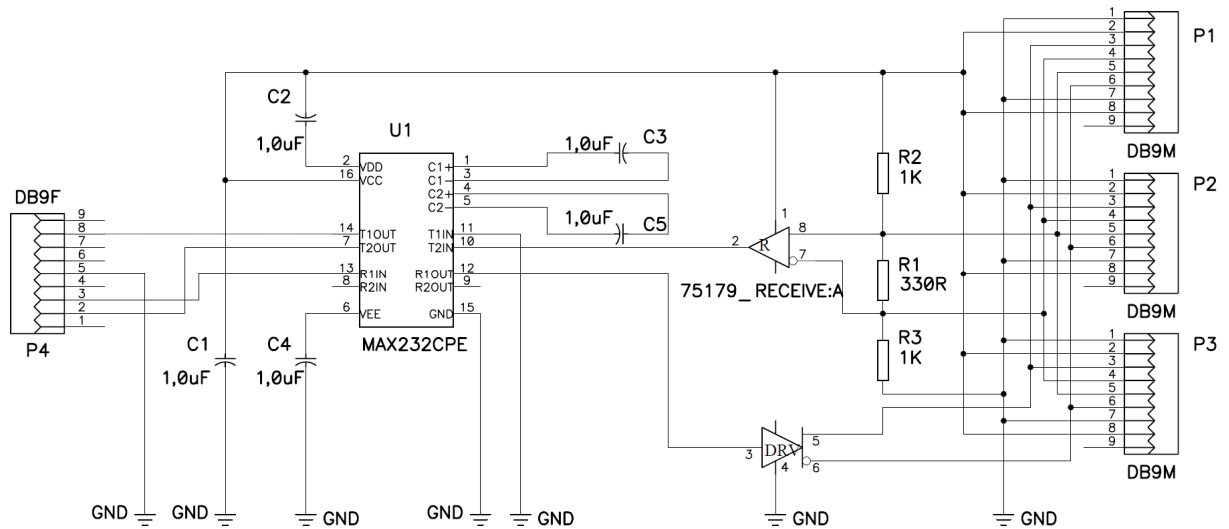
Ühepoolne side on kaamera ning personaal-arvuti ning kõikide telgede lõpulülite ning võimendite vahel. Süsteemis oleva kaamera eesmärk on kontrollida düüsi otsa seisukorda ning aine voolamist. Personaalarvuti ning mootori võimendite vahel on kahepoolne side, samuti mootorite ning mootorite võimendite vahel.

Kommunikatsioon arvuti ning võimendi vahel toimub joonisel nr. 5 nähtaval kujul.



Joonis nr. 5 Personaalarvuti ja võimendi vaheline kommunikatsioon

RS232 signaalist RS422 signaalile muundamine toimub spetsiaalse muunduri abil. Muunduri elektroonikaskeem on nähtav Joonisel nr. 6. Üks suuremaid erinevusi RS232 standardist on see, et RS422 ühendus on erinevalt RS232 ühendusest tasakaalustatud st. saatmisel ja vastuvõtmisel kasutatakse mõlemal puhul ühe juhtme asemel kahte (negatiivne ja positiivne). Täpsem kirjeldus antud kommunikatsiooni standarditest on toodud kirjanduse viites [22].



Joonis nr. 6 RS232-RS422 Muunduri elektroonikaskeem

Andme-edastuskiiruseks on 119kbs, kasutades võimendite tootjapoolset seadistamise tarkavara (Melsoft) tuleb võimendid vastavale andme-edastuskiirusele seadistada. Seadme ning programmi tööks vajalik võimendi detailne seadistus on nähtav lisis 6.

4.2. Nõuded programmile

Programmile esitatavad nõuded kujunesid lõplikult välja mitmete katseseeriade järgi, kuna kõiki probleemseid kohti ei olnud võimalik enne katseseeriaid ette näha. Kokkuvõtvalt on nõuded programmile esitatud alljärgnevas loetelus.

1. Olenevalt kasutatava arvuti seadistusest peab olema võimalik kommunikatsiooni väratit (ingl. port) muuta
2. Peenseadistuseks peab olema võimalus nihkelauda ning düüsi liigutatada üksik-käskudena. Üksik-käskude muudetavad parameetrid: kiirus, kiirendus ning sammude arv.

3. Seoses sooviga käsitsi telgi liigutada, peab programmiliselt olema võimalik telgede pidurite vabastamine
4. Programmis peab olema võimalus luua mitmetest üksteisele järgnevatest käskudest koosnev fiibri tootmise voog. Voo loomisel peab saama seadistada pikkust telje ning sammu kaupa
5. Luua võimalus seadistada telgede liikumise kiirusi fiibri tootmise voo loomisel
6. Katsete dokumenteerimiseks on tarvilik luua võimalus salvestada faili fiibri tootmise protsessi parameetrid
7. Katse kordamiseks tuleb võimaldada salvestatud fiibri tootmise protsessi voo lugemine failist
8. Lähteaine omaduste ning düüsi läbimõõdu tõttu on kriitiline fiibri tootmise protsessi voo sujuv täitmine (protsessi sammude vahelised seisakud minimaalsed). Vastasel juhul võib tekkida probleeme düüsi ummistumisega.
9. Programmi tõrgeteta töö Windows XP keskkonnas

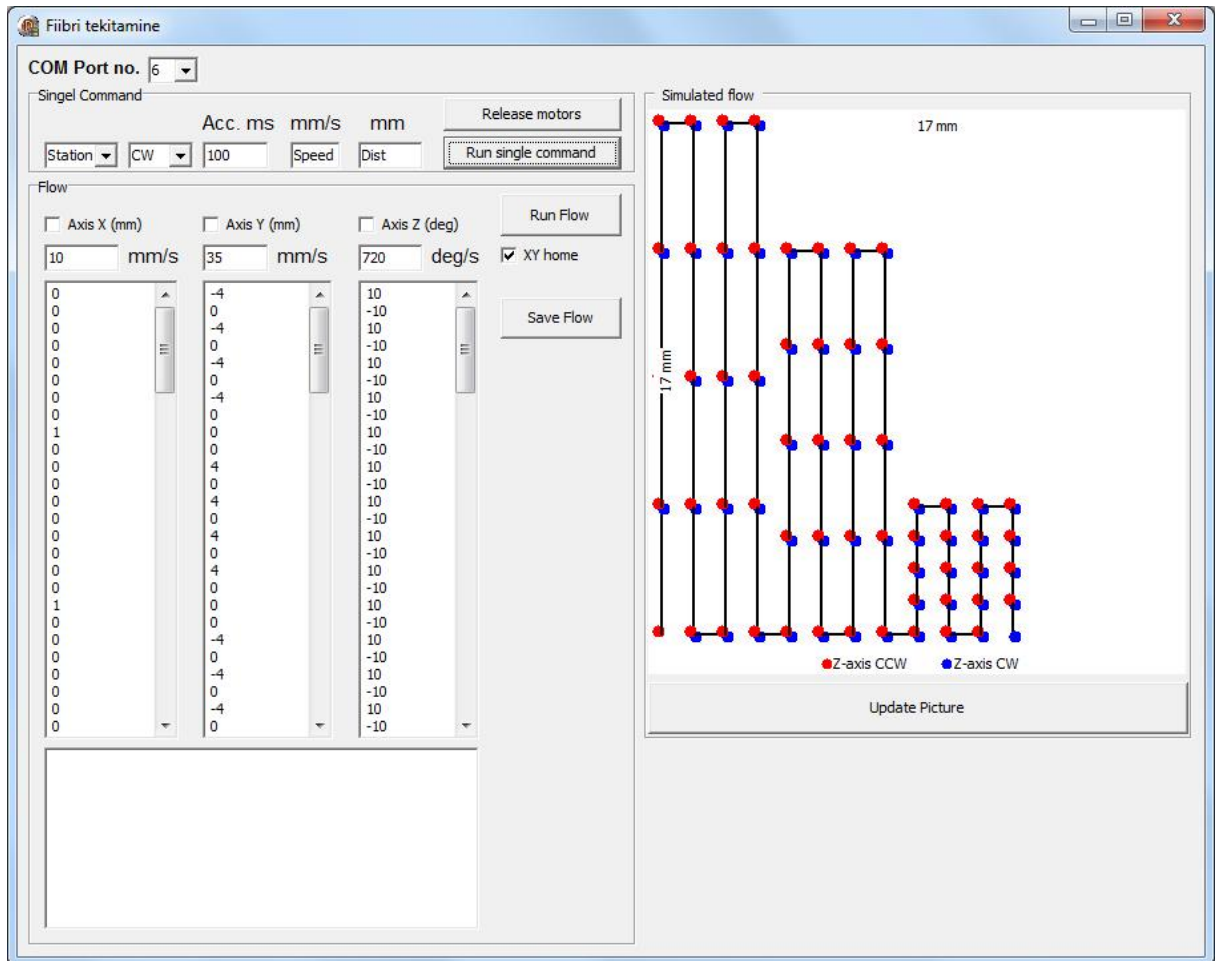
Loetletud nõuded said kõik programmeerimisvahendeid kasutades ka täidetud, ning tagatud programmi tõrgeteta töö personaalarvutis Windows XP ning Windows 7 operatsioonisüsteemidega. Puudus vajadus kontrollida programmi tööd teistes operatsioonisüsteemides, kuna selliseid personaalarvuteid ei ole plaanis antud seadmega kasutada.

4.3. Programmi üles-ehitus

Programmeerimiskeelena kasutati Borland Delphi .NET programmeerimiskeskkonda, milles kompileerides tekkiva fiibri tootmise programmi näol on tegu .exe formaadis programmiga.

Programmeerimiskeskkonnas kasutatava arvuti ning võimendi vahelise käsustiku ülesehitamisel on lähtutud seadme tootja (Mitsubishi) poolt kirjeldatud käsu formaadist ning käskude ning vastuste struktuurist [23].

Programmi koodi ei tooda välja käesolevas töös tema mahu tõttu. Kood ning programm on andmekandjal, mis on lisatud antud tööle. Mõistmaks kasutaja poolseid programmi käsitlemise võimalusi on programmist tehtud ekraanipilt (pilt nr. 3).



Pilt nr. 3 Programmi kasutaja aken

Pildil nr. 3 olevate programmi funktsioonide selgitused:

- Valitav kommunikatsiooni värati number on määratav väljalt *COM Port no.*
- Raamis *Singel Command* olevate nuppudega saab vabastada mootorid elektroonilisest pidurist (*Release motors*) või käivitada üksik-käsk (*Run single command*). Üksik-käsu parameetrid mootor (*Station*), liikumise suund (*CW*), kiirendus (*Acc. ms*), kiirus (*mm/s*) ja distants (*mm*) on määratavad samas raamis.

- Fiibri tootmise voo (*Flow*) seadistuse raamis saab määrata millised mootorid kaasatakse voo täitmisele (*Axis X*, *Axis Y*, *Axis Z*). Samuti iga mootoriga ühendatud detaili liikumise kiiruse (*mm/s*, *mm/s*, *deg/s*) ja liikumise distantsi voo täitmise sammu kaupa (iga rida on üks voo samm). Voog on käivitav vajutades nupule *Run Flow* ning salvestatav tekstfaili vajutades nupule *Save Flow*. Voo tekstfaili lugemise ja kirjutamise täpsemad selgitused on nähtavad punktis 4.3.1
- Raam *Simulated flow* visualiseerib fiibri tootmise voo planeeritavat kulgu, mis on loodud vastavalt fiibri tootmise voo (*Flow*) raamis olevale seadistusele. Muutes voo seadistust tuleb vajutada nuppu *Update Picture* et uus seadistus oleks simulatsiooni raamis nähtav. Fiibri tootmise voo visualiseerimise raami kirjeldus on detailsemalt välja toodud tarkvaralise simulatsiooni punktis 4.3.2

Programmile esitatavates nõuetes (tabel nr. 4) ei ole kirjas fiibri tootmise voo (*Flow*) raamis nähtav valik-kastike *XY home* kuna vajadus sellise funktsiooni järele tuli katsete teostamise ajal. Antud funktsioon liigutab nihkelaua nullpunkti ennem voo täitmise alustamist.

4.3.1. Seadistuse ja fiibri tootmise voo faili lugemine ja kirjutamine

Et katse seadistust oleks lihtsam dokumenteerida ning vajadusel identseid seadistusi laadida, oli üks programmile esitatavatest nõuetest voo faili kirjutamine ning lugemine. Järgnevalt kirjeldus teostatud funktsionaalsusest.

Programmi käivitamisel loetakse sisse programmiga samas kataloogis asuv teksti fail nimega flow.txt.

Salvestades (vajutades programmis nuppu „Save Flow“) loob programm teksti faili mille nimi sisaldab salvestamise aastat, kuupäeva ning kella-aega ning mille formaat on flow_AAAAKKPPTTMMSS.txt

Kus tähistusena on kasutatud:

- AAAA – aasta arv
- KK – jooksva kuu järjekorra number
- PP – jooksva päeva number kuus
- TT – jooksva tunni number 24h formaadis
- SS – sekund

Näitena, kui salvestada fiibri tootmise voog 26.Nov.2010 kell 13:56:41 siis antud voo faili nimeks saab flow_20101126135641.txt

Faili sisus on kirjas RS232 pordi number, telgede liikumise kiirused ning iga liikumise sammu pikkused.

Faili sisu formaat on järgnev:

com:C<lf><cr>

speed:Xv<tab>Yv<tab> Zv<lf><cr>

Xd<tab>Yd<tab>Zd<lf><cr>

Xd<tab>Yd<tab>Zd<lf><cr>

Kus tähistusena on kasutatud:

- C – RS232 pordi number
- <lf><cr> - tähistus reavahetusele (klaviatuurilt klahv „Enter“)
- Xv – x-telje liikumise kiirus (kõikides protsessi sammudes kus x-telg liigub). Ühikuks mm/s.
- <tab> - tabeldusmärk (klaviatuurilt klahv „Tab“)

- Y_v – y-telje liikumise kiirus (kõikides protsessi sammudes kus y-telg liigub). Ühikuks mm/s.
- Z_v – vertikaalse telje liikumise kiirus (kõikides protsessi sammudes kus vertikaalne telg liigub). Ühikuna °/s.
- X_d – x-telje liikumise distantis fiibri tootmise protsessi sammus. Ühikuks mm.
- Y_d – y-telje liikumise distantis fiibri tootmise protsessi sammus. Ühikuks mm.
- Z_d – z-telje liikumise distantis fiibri tootmise protsessi sammus. Ühikuks °.

Näitena on alljärgnevalt näha fiibri tootmise voo faili sisu:

com:6

```
speed:1,2      1,2    45
-1,2    1,2    45
2,4     -2,4   -45
```

Kui antud sisuga fail programmi laadida, siis on kommunikatsiooni RS232 pordiks port nr. 6, teljed liiguvad kiirustega:

X-telg: 1,2 mm/s

Y-telg: 1,2 mm/s

Vertikaalne telg: 45 °/s

Seade teeb kaks sammu millest esimese sammuna X-telg liigub -1,2mm, Y-telg 1,2mm ning vertikaalne telg keerab 45 °.

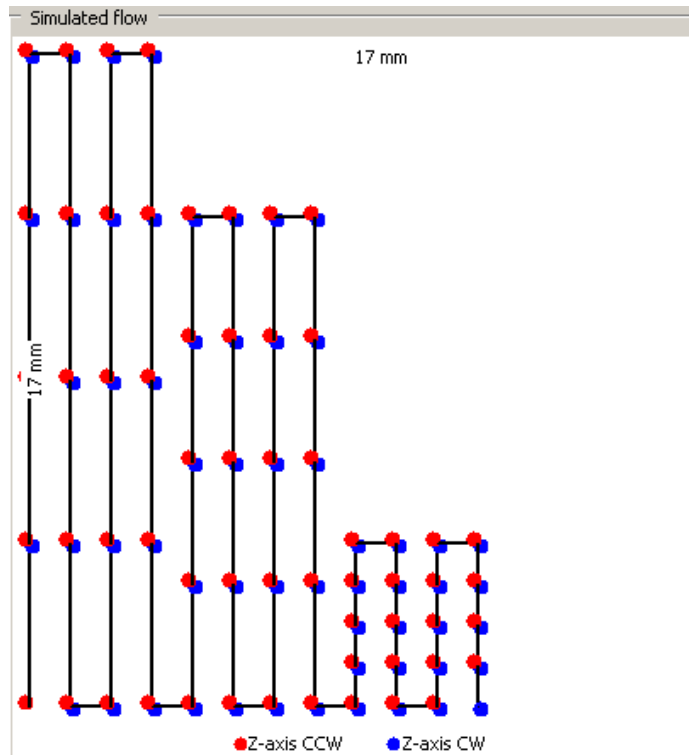
Teise sammuna X-telg liigub 2,4mm, Y-telg -2,4mm ning vertikaalne telg keerab -45 °.

4.3.2. Tarkvaraline simulatsioon

Lisaks punktis 4.2 toodud programmile esitatavate nõuete loetelule, tekkis vajadus ennem reaalse katse käivitamist kontrollida fiibri tootmise voo paikapidavust soovitud tulemusega võrreldes (fiibrите tulevane asetus

katseklaasil). Selle nõude täitmiseks peab olema võimalik programmist kuvada kogu sisse laetud voo tulevast kulgu.

Näitlikustamiseks fiibrite tootmise voo graafilisest simulatsioonist tuuakse siinkohal välja ekraanipildi näidisvoost (Pilt nr. 4).



Pilt nr. 4 fiibrite tootmise voo graafiline simulatsioon

Pildil nr. 4 olev fiibri tootmise voog kujutab kolme erineva pikkusega fiibrite tootmist, värviliste punktide vahelised mustad jooned on planeeritavad fiibrid. Akna ülemises servas ning vasakul olevad mõõdud (17mm) kirjeldavad kogu akna mõõtmeid vastavalt planeeritavate fiibrite terviklikule voole.

Alljärgnevalt kirjeldatakse fiibri tootmise voo kuvamise tähtsamaid võimalusi.

- Kuna seadme kasutajal on vabad käed sisestada suvaline planeeritava fiibri pikkus, peab pildi mõõtkava või mõõtmed muutuma vastavalt sisestatud fiibri pikkusele. Kuna pildi mõõtmeid suurendada pole otstarbekas (pilt võib minna väga suureks), siis mahutamaks ekraanile planeeritud voo kogu ulatus, peab programm muutma voo kuvamise

pildi mõõtkava. Seega on vaja muuta pildi resolutsiooni (mm pikseli kohta) muutub vastavalt sisestatud voo näitajatele. Mõõtkava muutuse mõistmiseks on pildi mõõtmed millimeetrites on toodud pildi külgedele.

- Düüsi vertikaalne liikumine on tähistatud sinise või punase markeriga olenevalt kas düüs liigub üles (punane marker) või alla (sinine marker). Düüsi vertikaalne liikumine lõpetab või alustab fiibri. Enamikes katsevoogudes on eelmise fiibri lõpp-punkt (düüsi alla liikumine) ja järgmise fiibri alguspunkt (düüsi üles liikumine) samas kohas, seetõttu tekivad punane ja sinine marker samasse kohta, nagu ka pildil nr. 4 näha.
- Muutes voo parameetreid uueneb pilt automaatselt ning vajadusel muutub ka mõõtkava.
- Eesmärgina on lisada ka matemaatiline mudel mis vastavalt sisestatud parameetritele suudab ennustada fiibrite katkemiskohad või umbkaudse jämeduse ning kuvada selle ka simulatsiooni pildil.

Tarkvara ning riistvara väljatöötamise käigus sooritati ka väiksemahulisi katseseeriaid, et veenduda seadme korrektse töö. Suunatud parameetritega suuremahulised katseseeriaid viidi läbi kui tarkvara ning riistvara uuendused olid tehtud ning vajadus nende edasiseks muutmiseks puudus.

5. Katsed

5.1. Katsete planeerimine

Katsete eesmärgiks on erinevate parameetrite väärtustega saadud katsetulemuste analüüsimisega leida protsessi mõjutavate parameetrite mõjusused fiibritele.

Hinnatavateks fiibri parameetriteks on:

- Mitte katkenud fiibri väikseim läbimõõt (mõõdetud skalaarne väärtus)
- Fiibri katkemine (atributiivne väärtus)
- Üldine fiibrite kvaliteet kindla seadistusega katseseeriale (hinnanguline väärtus kui palju fiibreid purunenud, mõranenud või muud moodi ebakvaliteetsed)

Katsetulemuste analüüsi kaudu leida optimaalsed protsessi parameetrid mille tulemusena tekiks võimalikult väikse läbimõõduga fiibrid ning katkenud fiibrite protsent kogu fiibrite arvust oleks võimalikult väike. Samuti ei tohiks esineda fiibrite mõranemist ja muid defekte. Rahuldavaks loetakse tulemust, kui fiibrite saagis on üle 75% ja fiibri läbimõõt on vähem kui 4µm.

5.1.1. Sisendparameetrid

Sisendparameetriteks loetakse parameetreid mis määravad või võivad määrata katseseeria väljundit. Sisendparameetrid jaotuvad kontrollitavateks parameetriteks (muudetavad ja konstantsed) ning kontrollimatuteks parameetriteks (müra).

- Muudetavad parameetrid: Seadme parameetrid mida saab seadet ümber seadistades muuta.
 1. Rõhk trassis (muudetav rõhu regulaatori kaudu)
 2. Fiibri planeeritav pikkus (muudetav fiibri tootmise tarkvarast)
 3. Düüsi horisontaalne liikumise kiirus (muudetav fiibri tootmise tarkvarast)

- Konstantsed või raskesti muudetavad parameetrid: Protsessi parameetrid mille muutmiseks tuleb seade ümber konstrueerida või on nende muutmine raskendatud või mitte otstarbekas
 1. Düüsi sisemine läbimõõt (katseseeria sees düüsi vahetamine põhjustab muude parameetrite paigast nihkumise mis seaks tulemused kahtluse alla)
 2. Düüsi vertikaalne liikumise distants (seadme konstruktsiooniga määratud, katseseeriates kasutatud ainult ühte väärtust)
 3. Telgede kiirendused (katseseeriates kasutusel maksimaalne võimalik kiirendus mis on mootorite võimsusega piiratud)
 4. Lähteaine füüsikalised parameetrid (viskoossus, pindpinevus, tihedus jne. määravad protsessi väljundit. Lähteaine vahetamine põhjustab teiste parameetrite mõju muutumist väljundile)

- Kontrollimatud parameetrid (müra): Väljundit mõjutavad parameetrid mis ei ole suunatavad või mille muutus on raskesti märgatav.
 1. Düüsi osaline ummistumine (sõltub lähteaine kuivamisest ning viskoossuse ühtlasest jaotumisest düüsis ja süstlas). Ummistumise mõju vähendamiseks tuleb düüsi seisukorda jälgida ning vajadusel uue katse alguseks vahetama düüsi.
 2. Fiibrite muutumine kuivamise käigus (sõltuvalt keskkonna tingimustest võivad fiibrid liig kiirel kuivamisel mõraineda). Kuna katseseeriade ajal puuduvad võimalused keskkonna tingimuste seadistamiseks (õhuniiskus, temperatuur), siis mõju vähendamiseks välditi pikki pause katseseeriade vahel. Katseseeriad teostati võimalikult väikeste ajaliste pausidega.
 3. Fiibrite üldise kvaliteedi muutumine fiibri tootmise ning mõõtmise vahel (kuna otse fiibrite tootmise seadme all ei ole võimalik fiibreid mõõta, siis tuleb katse tulemused transportida mõõteseadme juurde. Hoolimatul transpordil võivad osad fiibrid hävineda.)

5.1.2. Katsete arv

Kuna eeldatavalt kõik kontrollitavad sisendparameetrid omavad mõju väljundparameetritele siis katseseeria tuleb täisfaktoriaalne (ingl. *full factorial*). Täisfaktoriaalsel katseseerial tehakse katsed kõigi muudetavate parameetrite kombinatsioonidega) [24]. Esmasel katseseerial planeeritakse iga kontrollitava sisendparameetri jaoks kolm erinevat seadistust, seega kokku 27 erineva seadistusega katset.

Edaspidised katseseeriade katsete parameetrite arv sõltub eelnevate seeriade tulemuste uurimisest, võimalik et kõik muudetavad parameetrid ei avalda katse tulemusele mõju ning võib konstantseteks määrata. Suuri katseseeriaid, mida töös kirjeldan viidi läbi kolm, lisaks veel väiksemahulised katsed erinevate seadme parameetrite katsetamiseks ning seadme uuenduste edukuse kontrollimiseks.

5.2. Esmane katseseeria

5.2.1. Sisendparameetrid

Katseseerias kasutatud konstantsed parameetrid on nähtavad konstantsete parameetrite tabelis (Tabel nr. 4).

Tabel nr. 4

Konstantsed parameetrid (autori koostatud)

Konstantsed parameetrid	
Lähteaine	Fraktsioon 4, 155C
Düüs	Düüsina kasutatud süstla nõela, sisemise läbimõõduga 0,22mm
Düüsi horisontaalne kiirendus	võimalik maksimaalne (määratud 1ms saavutamaks lõplik kiirus) [26]
Düüsi vertikaalne liikumine	liikumine 0,5mm labori klaasist (vastab programmis väärtusele 10°.

Muudetavateks parameetriteks esmasel katseseerial on rõhk (surub ainet düüsi välja), düüsi horisontaalne kiirus ning Y-telje liikumise tsükli distants (planeeritav fiibri pikkus).

Kõigil muudetavatel parameetritel kasutati esmasel katseseerial kolme taset. Kuna katseseeriana kasutati täisfaktoriaalset [24] seeriat, siis kokku moodustus 27 erineva seadistusega katset. Esmase katseseeria katseplaani tabelis (Tabel nr. 5) on kiirenduse ühikuna kirjas ms, kuna tegu ei ole standardse kiirenduse ühikuna, siis täpsem selgitus kasutatava kiirenduse ühiku kohta on punktis 3.5

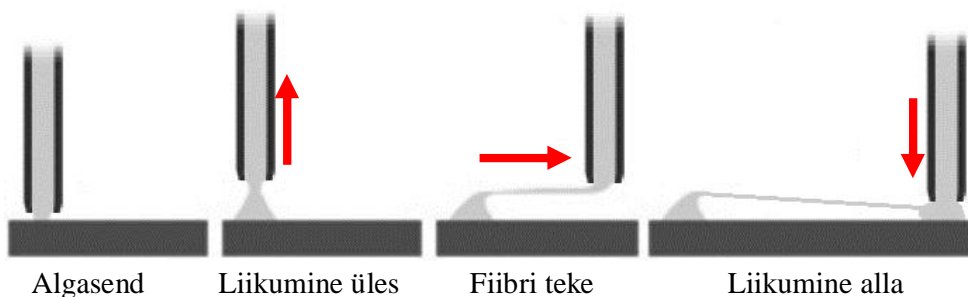
Tabel nr. 5

Esmase katseseeria katseplaani (autori koostatud)

Katse nr.	Rõhk (Atm)	Kiirus (mm/s)	Pikkus (mm)	Kiirendus (ms)	Z-telje nihe (°)	Z-telje kiirus (°/s)
1	1	10	1	1	10	720
2	1	10	3	1	10	720
3	1	10	4	1	10	720
4	1	35	1	1	10	720
5	1	35	3	1	10	720
6	1	35	4	1	10	720
7	1	60	1	1	10	720
8	1	60	3	1	10	720
9	1	60	4	1	10	720
10	1,8	10	1	1	10	720
11	1,8	10	3	1	10	720
12	1,8	10	4	1	10	720
13	1,8	35	1	1	10	720
14	1,8	35	3	1	10	720
15	1,8	35	4	1	10	720
16	1,8	60	1	1	10	720
17	1,8	60	3	1	10	720
18	1,8	60	4	1	10	720
19	2,5	10	1	1	10	720
20	2,5	10	3	1	10	720
21	2,5	10	4	1	10	720
22	2,5	35	1	1	10	720
23	2,5	35	3	1	10	720
24	2,5	35	4	1	10	720
25	2,5	60	1	1	10	720
26	2,5	60	3	1	10	720
27	2,5	60	4	1	10	720

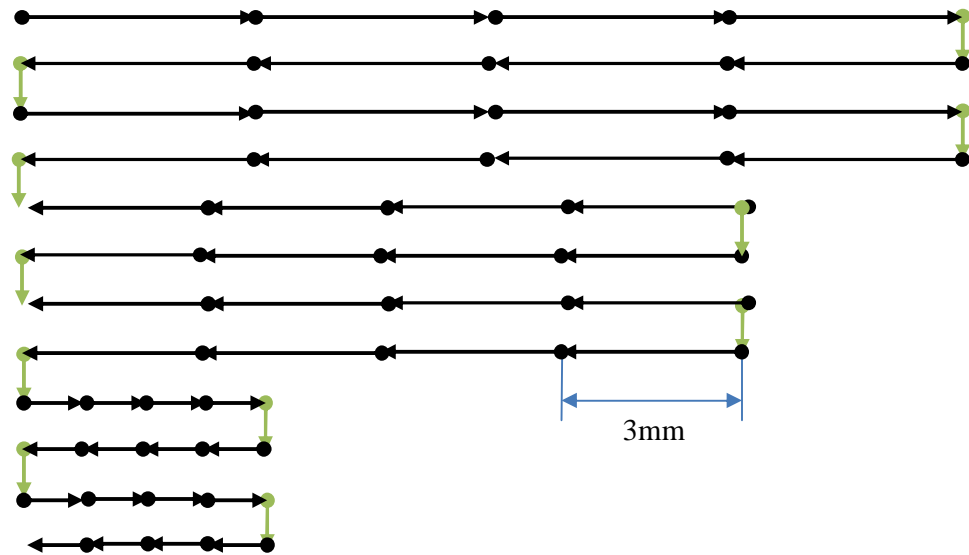
5.2.2. Katse voog ning fiibrite asetus

Fiibrid kantakse preparaadi klaasile mille mõõtmed on 25x98mm, et veenduda erineva seadistuse korratavuses luuakse voog kus igal seadistusel planeeritud fiibrite arv on 16. Sellise seadistusega mahutatakse preparaadi klaasile kolm erineva pikkusega fiibrit (kokku 48 fiibrit).



Joonis nr. 7 Düüsi liikumine preparaadi klaasil

Kuna katse alamseeria käigus ei ole võimalik muuta kiirust ega rõhku, kuid on võimalik tõmmata erineva pikkusega fiibreid, siis alamseeria koosneb kolmest erineva planeeritava pikkusega fiibrist, igat erinevat pikkusega fiibrit tõmmatakse klaasile 16 tk. Visualiseerimaks düüsi liikumist, on lisatud düüsisist ning tema liikumisest illustreeriv joonis (Joonis nr. 7). Düüsi liikumise teekonda laboriklaasi kohal illustreerib joonis nr. 8. Joonisel nr. 8 näha olevad nooled tähistavad tekkinud fiibreid ja ühtlasi näitavad ära ka düüsi liikumise suuna. Noolte vahelised punktid tähistavad düüsi üles ning alla liikumist. Alla liikumine kinnitab eelmise fiibri lõpu klaasile ning ülesse liikumine alustab uut fiibrit. Fiibrid jäävad laboriklaasiga füüsilisse kontakti vaid alguse ja lõpu punktides (kui düüs on alumises asendis). Keskel ei ole fiiber klaasiga kontaktis (joonis nr 7). Rohelised nooled on nn. jääkfiiber mis tekib ühelt fiibrile realt üleminekul teisele ning neid fiibreid tulemustes ei arvestata.

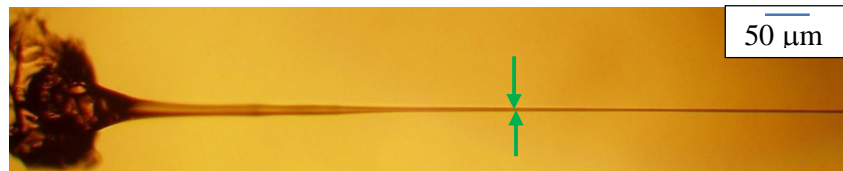


Joonis nr. 8 Katse voog ning fiibrite asetus laboriklaasil

5.3. Esmase katseseeria tulemused

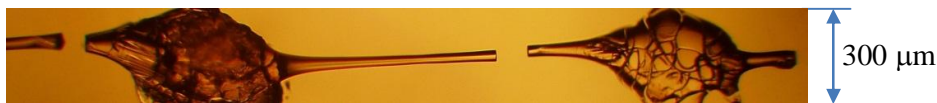
5.3.1. Fiibri sõltuvus pikkusest

Pikkusel oli fiibrite parameetritele mõju, alljärgnevalt tuuakse välja nii pildimaterjal kui tekstiliselt pikkuse mõjust fiibritele.



Pilt nr. 5 Fiibri läbimõõt 5,1 μm

Kokkuvõtvalt iseloomustab erinevaid pikkusi asjaolu, et 1mm pikkusega fiibrid olid kõik katkenud ning 3mm ja 4mm fiibritel ei olnud äratuntavat vahet, minimaalne läbimõõt (5,5..5,8μm) (Pilt nr. 5) saavutati 0,8 kuni 1,2mm kaugusel fiibri algpunktist. Põhjus miks lühemad fiibrid (1mm) olid kõik katkenud on selles, et liiga jämedatel fiibritel ületavad kuivamise käigus tekkivad tõmbejõud fiibrit koos hoidvaid jõudusid ning fiiber puruneb, vahetult peale fiibri tekitamist on fiiber terve. Kuivamisel purunenud fiiber on kujutatud pildil nr. 6. Olenemata teistest parameetritest (rõhk ja düüsi horisontaalne kiirus) olid 3mm ja 4mm fiibritest terved vaid 10-15%.



Pilt nr. 6 Kuivamise käigus purunenud fiiber

5.3.2. Fiibri sõltuvus horisontaalsest düüsi liikumise kiirusest ning trassi rakendatud rõhust

Olenemata kiirusest oli fiibrите katkemine ning minimaalsed läbimõõdud samad (5,5..5,8µm). Antud düüsiga liikumise kiiruse muutmine ei avaldanud mõju. Samuti ei avaldanud fiibrите katkemisele ning läbimõõtudele mõju trassi rakendatud rõhk (mõjutab kiirust millega lähteaine düüsist välja voolab). Seega muudetavatest parameetritest sõltuvaid muutusi ei esinenud.

5.4. Esmase katseseeria kokkuvõte ning järgmise katse parameetrid

Esimeses katseseerias kasutatud parameetritega ei õnnestunud fiibrите saagis viia soovitud tasemele (vahemikku 75-100%) ega saadud ka fiibrите parameetriteks (läbimõõt alla 4µm) soovitud väärtusi. Planeerides järgmist katseseeriat on siiski tarvilik analüüsida kõiki seadistuse mõjusid eraldi.

5.4.1. Fiibri sõltuvus masina seadistusest

Katses kasutatud parameetrite vahemik mis fiibri näitajaid mõjutas oli fiibri pikkus. Rõhu ning horisontaalse liikumise kiirus ei avaldanud fiibri tekkimisele nähtavat mõju.

- Fiibrите läbimõõdu miinimum on vahemikus 5,1..5,8µm, olemasoleva aine, düüsi ning masina seadistusega peenem fiiber ilma purunemata ei olnud võimalik.
- Rõhu mõju puudumine arvatavalt tingitud liiga viskoosest ainest (aine välja voolamine düüsist liiga aeglane) ning trassi rakendatud surve maksimum liiga väike. Üle 2,4Atm ei olnud võimalik rakendada, kuna ühenduste konstruktsioon ei võimaldanud (tekkisid lekked ning trassi katkemine).

Põhiline fiibri materjal pärineb düüsi otsa kogunenud ainest mis koguneb sinna protsessi seisaku ajal.

- Horisontaalse düüsi liikumise kiiruse mõju puudumine on põhjendatav aine pealevoolu liiga väikse rolliga ning düüsi liiga suurest jämedusest. Kiiruse mõju kaob kui fiibri materjal saadakse paljuski düüsi otsa kogunenud ainest, mitte protsessi ajal düüsisist välja voolanud ainest.

5.4.2. Planeeritava teise katseseeria parameetrid

- Parimate visuaalsetelt hinnatud fiibrid tekkisid kui fiibri pikkus oli seadistatud kas 3mm või rohkem. Kuid ka parimatel juhtudel olid enamik fiibreid (hinnanguliselt 85%) purunenud kas liig äkilise kuivamise käigus või aine pealevoolu puudumise tõttu. Paremate katsetulemuste saamiseks ei tohiks kasutatav aine olla kuivamisel nii aktiivne.
- Düüsi trass peab kannatama suuremat survet, korralikud pneumaatilised ühendused tekitada ülemineku kohtadesse.
- Tuleb vältida fiibri valmistamiseks kasutatava aine võtmist düüsi otsa kogunenud ainest. Selleks tuleks katset korrata sellise seadistusega kus protsessi seismise hetkedel puudub aine pealevool. Selline olukord on võimalik saavutada, kui süsteemis puudub surve ja/või düüsi ots surutakse korralikult vastu katseklaasi.
- Düüsi läbimõõtu võimalusel vähendada, siis on pealevool paremini kontrollitav.

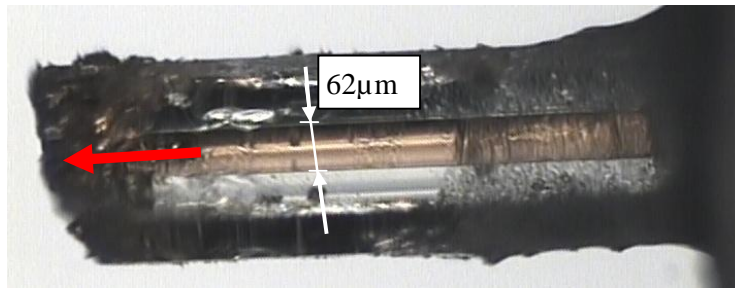
5.5. Teine katseseeria

5.5.1. Kasutatud lähteaine ning düüs

Lähteainena kasutatud sama märgistusega (Fraktsioon 4, 155C) lähteaine mis esmases katseseerias.

Düüsina kasutati klaastoru, mida eelnevalt kuumutati, seejärel venitati, lasti jahtuda ning murti temast u. 3mm tükk, mis ühendati süstlanõela otsaga.

Düüsi sisemine läbimõõt ole 62 μ m



Pilt nr. 6 Klaastorust isevalmistatud düüs, lähteaine liikumine düüsis on märgitud punase noolega

Pildil nr. 6 on kujutatud katseseerias kasutatud düüs. Düüsi tipus, kus lähteaine voolab välja, on näha, lähteaine kogunemist düüsi otsa. Seega ei ole tegemist enam horisontaalse düüsi otsaga. Mittehorisontaalsust suurendab veelgi düüsi otsa valmistamiseks kasutatud murdmise meetod. See meetod ei garanteerinud täielikult siledat pinda.

5.5.2. Parameetrid

Muudetavate parameetritena olid kasutusel samad parameetrid (rõhk, kiirus, pikkus) mis esimeses katseseerias kuid teiste väärtustega. Parameetrite väärtused kujunesid uue düüsiga tehtud väikesemahuliste proovikatsete tulemusena, kuna esimese katseseeria põhjal ei olnud võimalik uusi parameetreid määrata (samuti muutus düüsi läbimõõt). Ülevaade ning detailsem kirjeldus muudetavatest parameetritest on punktis 5.1.1

Esimese katseseeriaga võrreldes muudeti teises katseseerias konstantsetest parameetritest (vt. 5.1.1) düüsi sisemist läbimõõtu. Düüsi läbimõõdu kordades muutmine ($220\mu\text{m}$ pealt $62\mu\text{m}$ peale) seab kahtluse alla esimese katseseeria muudetavate mõjude analoogia teises katseseerias. Et selgitada välja uue düüsiga kasutatavate muudetavate parameetrite üksteise vahelised mõjud kui ka mõjud fiibritele, kasutati algselt kõikidel parameetritel kahte taset. Mõju hindamiseks kasutatavad teise katseseeria parameetrid ning nende väärtused on nähtavad tabelis nr. 6.

Katse parameetrid mõjude hindamiseks (autori koostatud)

Katse nr.	Rõhk (Atm)	Kiirus (mm/s)	Pikkus (mm)	Kiirendus (ms)	Z-telje nihe (°)	Z-telje kiirus (°/s)
1	2	5	1	1	10	720
2	2	5	2	1	10	720
3	2	30	1	1	10	720
4	2	30	2	1	10	720
5	3,6	5	1	1	10	720
6	3,6	5	2	1	10	720
7	3,6	30	1	1	10	720
8	3,6	30	2	1	10	720

Mõjude hindamise katseseeria kasutati täisfaktoriaalset seeriat, kokku 8 erineva seadistusega katset.

Lisaks sellele katseseeriale teostati veel väiksemamahulised katsed, mille parameetrid jäid väljapoole huvipiirkonda. Selline väiksemamahuline katseseeria tulemused pakuvad huvi, leidmaks võimalikke suurte katseseeriatega märkamatuks jäänud parameetrite mõjusid. Väikse katseseeria parameetrid on nähtavad tabelis nr. 7.

Tabel nr. 7

Teise katseseeria parameetrid (autori koostatud)

Katse nr.	Rõhk (Atm)	Kiirus (mm/s)	Pikkus (mm)	Kiirendus (ms)	Z-telje nihe (°)	Z-telje kiirus (°/s)
1	3,6	2	1	1	10	720
2	3,6	2	3	1	10	720
3	3,6	60	1	1	10	720
4	3,6	60	3	1	10	720

Etteruttavalt võib mainida, et väljaspool huvipiirkonda asuvate parameetritega katsetega ei tuvastatud mõjusid mis oleks seadnud suure katseseeria tulemused kahtluse alla.

5.5.3. Katse voog ning fiibrите asetus

Igal erineval seadistusel planeeritav fiibrите arv 16 (preparaadi klaasil kokku 48 fiibrите), fiibrите valmistamise voona on kasutusel sama voog mis esmase katseseeria puhul, voog on kirjeldatud punktis 5.2.2

5.6. Teise katseseeria tulemused

Fiibrite minimaalne diameeter õnnestus viia esmase katseseeria puhul mõõdetud 5,5..5,8 μ m pealt 4,2..4,8 μ m peale. Kuna mitte katkenud fiibrite minimaalse läbimõõdu ja kiiruse vaheline sõltuvus on väikene sellistel fiibri läbimõõtudel (järel dust toetab ka teoreetiline simulatsioon punktis 2.3) siis suurimaks mõjutajaks sellisele muutusele on düüsi sisemise läbimõõdu vähenemine. Esmasel katseseerial kasutatud düüsi läbimõõtu (vaata punkt 5.2.1) vähendati 220 μ m pealt 62 μ m peale. Düüsi sisemine läbimõõt kuulub katseseerias mitte muudetavate parameetrite alla.

Lisaks esines katsetel ka mitte kontrollitavaid parameetreid, mis põhjustasid esimeste fiibrite katkemist. Näiteks erinev aeg mis jäi protsessi alguse ning eelmise protsessi lõpu vahele (põhjustab aine tahkumist düüsi otsas). Mitte kontrollitavate parameetrite mõju fiibritele võib nimetada antud juhul ka määramatuseks, kuna puudub teadmine nende mõju suurusest, siis ei ole võimalik välja arvutada ka nende mõju väljundparameetritele, seega tulemused on hinnangulised.

5.6.1. Muudetavate parameetrite mõjud

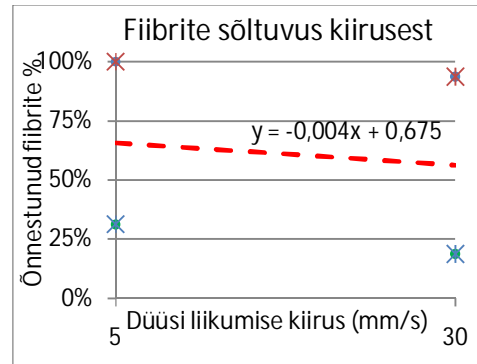
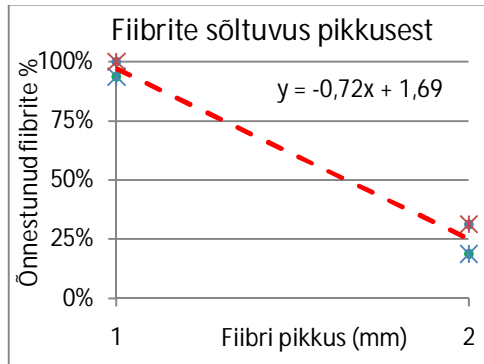
Erinevate seadistustega toodetud kogu fiibritest terveks jäänud fiibrite osakaalude tulemused on kantud tabelisse nr. 8.

Tabel nr. 8

Mõjude hindamise katse tulemused

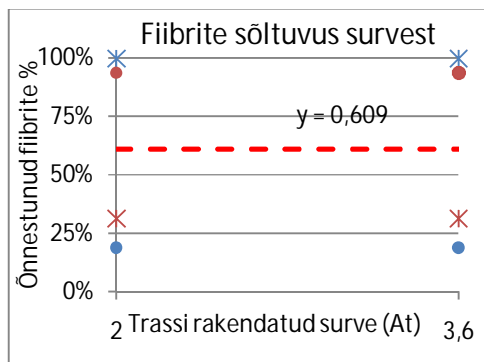
Kiirus (mm/s)	Surve (At)	Pikkus (mm)	Terved fiibrid (%)
5	2	1	100%
30	2	1	94%
5	3,6	1	100%
30	3,6	1	94%
5	2	2	31%
30	2	2	19%
5	3,6	2	31%
30	3,6	2	19%

Leidmaks parameetrite mõju mitte katkenud fiibrite arvule koostatakse tabelis nr. 9 olevate tervete fiibrite tulemuste järgi parameetrite mõjude arengusuuna graafikud tervete fiibrite arvule.



Graafik. Nr 3. Fiibri sõltuvus pikkusest

Graafik. Nr 4. Fiibri sõltuvus kiirusest



Graafik. Nr 5. Fiibri sõltuvus survest

Näitamaks parameetri mõju suunda väljundile on kasutatud kahte taset iga parameetri jaoks. Iga graafikul on välja toodud vaid üks arengusuuna joon, mille juures meid huvitav parameeter on antud joone tõus. Arengusuuna jooni ei ole igale graafikule toodud neli (nagu parameetrite paaride kaupa peaks olema) sest kõikide paaride arengusuuna joonte tõusud on samad. Arengusuuna joone tõus näitab parameetri ühikulist mõjusust fiibrite saagisele.

Mittekatkenud fiibrite hulga sõltuvus pikkusest on nähtav graafikul nr. 3, sõltuvus düüsi horisontaalse liikumise kiirusest on nähtav graafikul nr. 4 ning

sõltuvus trassi rakendatud survest (mõjutab lähteaine düüsisist välja voolamise kiirust) on nähtav graafikul nr. 5.

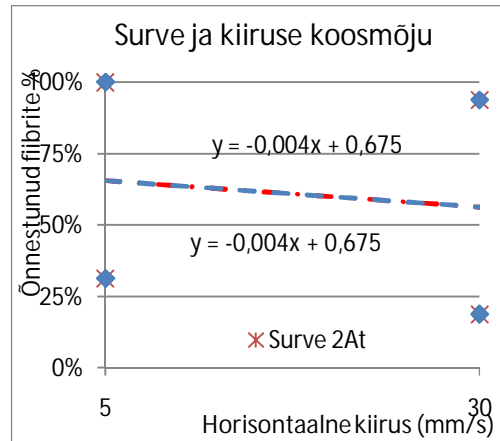
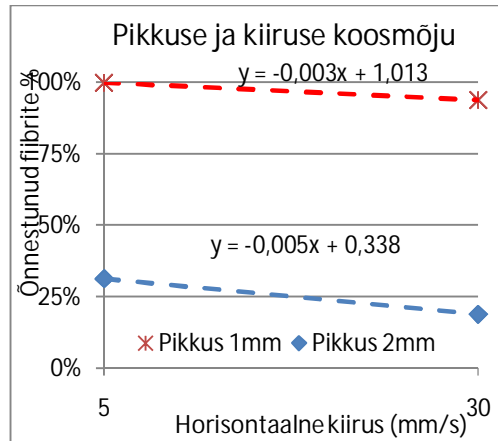
Arengusuuna joonte tõusud on pikkuse puhul -0,72, kiiruse puhul -0,04 ja surve puhul 0. Kuna aga parameetrite seadistamise ulatused on võrreldamatud, siis oleks tarvis võrrelda parameetrite mõju fiibrite saagisele kogu parameetri seadistamise vahemiku kohta (siiani võrreldi fiibri saagise muutust parameetri ühiku kohta). Sedasi võrreldes selgub, et planeeritava fiibri pikkuse mõju oma muutmise vahemikus on kordades suurem (tõus -0,72) kui analoogne mõju kiirusel (tõus -0,09) kogu tema seadistamise vahemikus. Surve muutmise mõju kogu tema seadistamise vahemikus puudub (tõus 0). Seega teises katseseerias kasutusel olnud düüsigiga ning trassis oleva surve seadistamise vahemikus (2..3,6At), antud lähte-ainega surve mõju fiibrite saagisele puudus.

5.6.2. Parameetrite koosmõjud fiibri saagisele

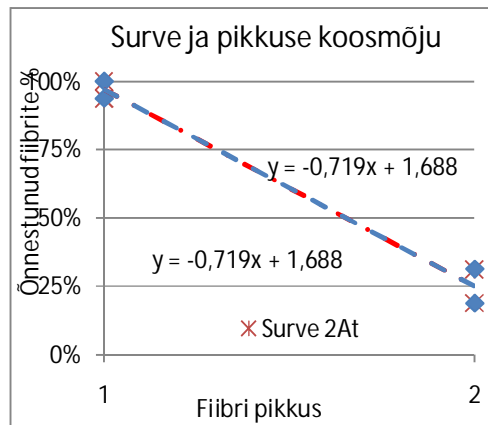
Lisaks eraldi parameetrite mõjudele, tuleb kontrollida ka parameetrite koosmõjusid, kuna mõne muudetava parameetri puhul võib võimendada tema mõjusid koos teiste parameetritega. Näiteks trassis oleva rõhu mõju mis siiani on tuvastamata võib avalduda koosmõjus düüsi liikumise kiirusega.

Parameetrite koosmõjude hindamiseks kantakse tabelis nr. 9 olevad tulemused mõjude kombinatsioonidena graafikutesse (graafikud 6;7 ja 8).

Pikkuse ja kiiruse koosmõju mittekatkenud fiibrite arvule on välja toodud graafikul nr. 6, surve ning kiiruse koosmõju on nähtav graafikul nr. 7 ning surve ja pikkuse koosmõju graafikul nr. 8.



Graafik. Nr 6. Pikkuse ja kiiruse koosmõju Graafik. Nr 7. Surve ja kiiruse koosmõju



Graafik. Nr 8. Surve ja pikkuse koosmõju

Tabel nr. 9

Koosmõju graafikute tõusud

	Tõus nr. 1	Tõus nr. 2
Pikkus ja kiirus	-0,003	-0,005
Surve ja kiirus	-0,004	-0,004
Surve ja pikkus	-0,719	-0,719

Võrdemaks ka numbriliselt koosmõjusid, on iga koosmõju graafiku tõusud numbrilisel kujul kantud tabelisse nr. 9.

Kui eksisteerib parameetrite koosmõju fiibritele, siis koosmõju graafikul olevate tõusude väärtused peaksid olema erinevad. Nagu graafikutelt nr. 6,7 ja 8 ning ka tabelist nr. 9 näha, eksisteerib koosmõju vaid pikkuse ja kiiruse vahel ja sedagi väga vähesel määral. Arvestades, et katsete tulemused saadi hinnanguliselt (vt. punkt 5.6) siis võib arvestada, et parameetrite koosmõju fiibritele ei ole tuvastatud.

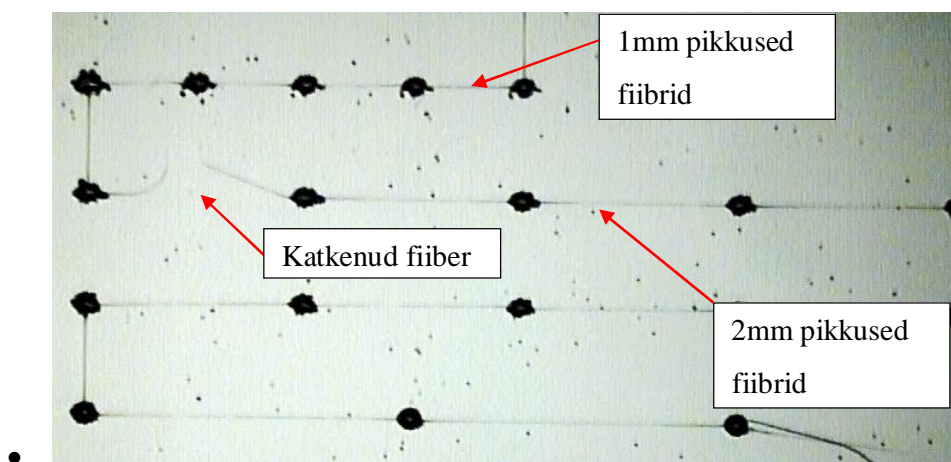
5.6.3. Mittekatenud fiibrite sõltuvus pikkusest

Nagu ka esimese katseseeria puhul (vt. punkt 5.3.1) oli horisontaalse düüsi liikumise kiiruse tõustes, katkenud fiibrite osakaal suurem mida pikem oli planeeritav fiiber.

Düüsiga mille läbimõõt on lähedane katses kasutavale läbimõõdule ($62\mu\text{m}$) ning trassis oleva surve vahemik jääb 2..3,6Atm vahele on antud lähte-ainega soovituslik planeerida fiibreid pikkusega kuni 1mm, et saavutada saagis vahemikus 75..100%. Saadud tulemus on nähtav ka graafikul nr. 3, kus mittekatenud fiibrite keskmine on üle 75% vaid pikkusel 1mm. Fiibri pikkusel on fiibrite saagisele kõige suurem mõju võrreldes ülejäänud muudetavate parameetritega, mis on tõestatud punktis 5.6.1 ning visuaalselt nähtav graafikul nr. 3. Kinnitust leidis ka (vt. punkt 5.6.2), et planeeritava pikkuse koosmõjusid teiste parameetritega ei eksisteeri. Visualiseerimaks reaalseid saadud fiibreid on tuuakse siinkohal välja ka fotod saadud fiibritest (Pilt nr. 7).

Näidisfiibrit kujutaval pildil (Pilt nr. 7) on muudetavate parameetritena kasutatud järgnevat seadistust:

- rõhk 2At
- horisontaalne kiirus 5mm/s
- Pildil nähtavate fiibrite pikkused vastavalt 1mm; 2mm;



Pilt nr. 7 Teise katseseeriaga saadud fiibrid

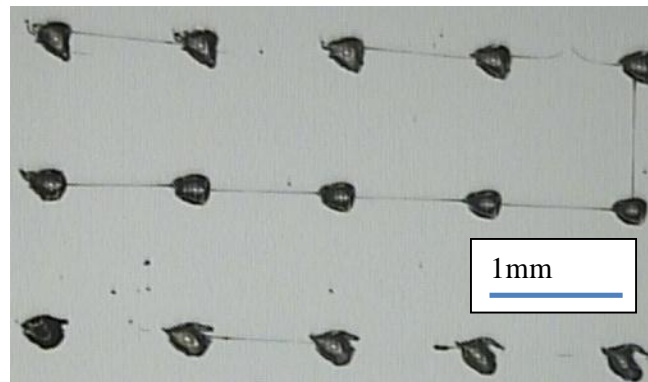
5.6.4. Fiibri sõltuvus horisontaalsest düüsi liikumise kiirusest

Antud katseseadme puhul mõjutas düüsi horisontaalne liikumise kiirus fiibrite saagist vähem kui planeeritav fiibri pikkus, mis leidis kinnitamist punkti 5.6.1 ning on nähtav graafikult nr. 3. Samas on düüsi horisontaalse liikumise kiiruse mõju märgatav. Düüsi mille läbimõõt on lähedane katses kasutavale läbimõõdule (62 μ m) ning trassis oleva surve vahemik jääb 2..3,6At vahele on antud lähte-ainega soovituslik kasutada düüsi horisontaalseks liikumiseks kiirust 10mm/s, et saavutada saagis vahemikus 75..100%. (vt. punkt 5.6.1).

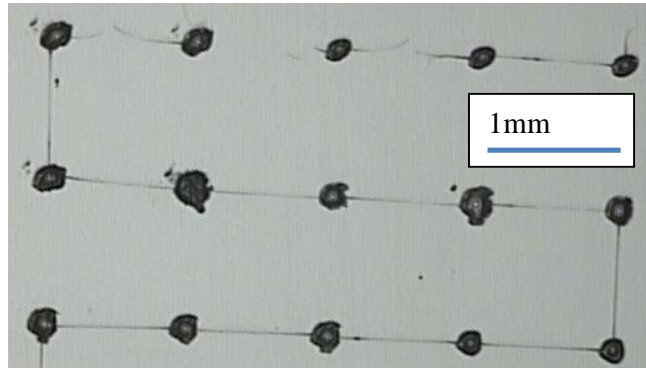
Düüsi horisontaalse liikumise kiiruse ja teiste parameetrite koosmõjusid ei eksisteeri (vt. punkt 5.6.2)

Visualiseerimaks erineva düüsi liikumise kiirusega saadud tulemusi, on lisatud fotod fiibritest (pilt nr. 8, 9 ja 10). Näidisfotodena kasutusel katse, kus muudetavad parameetrite väärtused on järgmised:

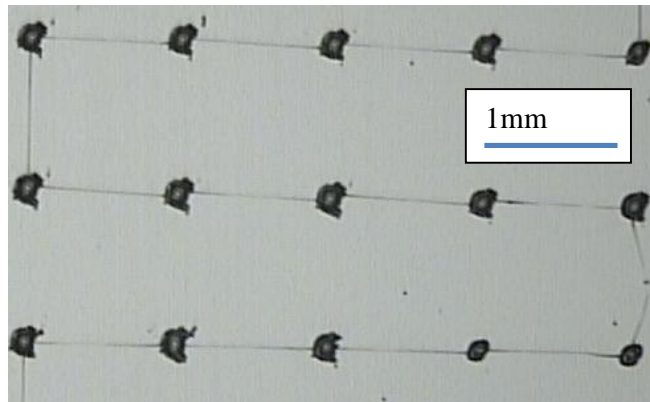
- Rõhk 2,8At
- Pikkus 1mm
- Kiirused vastavalt 30mm/s; 20mm/s; 10mm/s



Pilt nr. 8 Kiirus 30mm/s; rõhk 2,8At; pikkus 1mm



Pilt nr. 9 Kiirus 20mm/s; rõhk 2,8At; pikkus 1mm



Pilt nr. 10 Kiirus 10mm/s; rõhk 2,8At; pikkus 1mm

Võrreldes pilte nr. 8, 9 ja 10 on selgelt nähtav et pildil nr. 10 kasutatud seadistusega on fiibrite saagis kõige parem (100%). Piltidel 8,9 ja 10 näha olevate fiibrite tootmise puhul erines masina seadistuses ainult düüsi horisontaalne liikumise kiirus.

5.7. Teise katseseeria kokkuvõte ning järgmise katse parameetrid

5.7.1. Fiibri sõltuvus masina seadistusest

Teise katseseeriaga õnnestus tuvastada muudetavate parameetrite mõjud toodetavatele fiibritele. Kokkuvõtvalt parameetrite mõjud toodud järgnevas:

- Katses kasutatud parameetrite vahemikust mis fiibrite saagist mõjutasid oli suurima mõjuga fiibri pikkus ja düüsi horisontaalse liikumise kiirus. Düüsi trassi rakendatud rõhu mõju (mõjutab aine väljavoolu kiirust düüsist) antud düüsiga ning rõhu vahemikus 2..3,6At ei tuvastatud.
- Fiibrite läbimõõdu miinimum õnnestus viia 5,5..5,8 pealt 4,2..4,8 μ m peale. Mõlema katseseeria analüüsides järeldub et minimaalne fiibri läbimõõt on väga vähe mõjutatav seadme muudetavatest parameetritest. Tuvastatud u. 18% fiibri minimaalse diameetri vähenemine saab olla tingitud vaid düüsi sisemise diameetri muutmisest (esmasel katseseerial 220 μ m, teisel katseseerial 62 μ m). Teoreetiliselt simulatsioonis (vt. punkt 2.3) välja toodud graafik (graafik nr. 1) osutab ka kiiruse ning fiibri diameetri väikesele mõjule, kui fiibri läbimõõt on peenem kui 10 μ m.
- Esmases katseseerias rõhu mõju puudumise põhjusena nähtud trassi rakendatud liiga väike surve ei ole põhjuseks rõhu mõju puudumisele. Arvatavalt on rõhu mõju puudumine tingitud liiga viskoossest ainest (aine välja voolamine düüsist liiga aeglane) või fiibri tekitamiseks vajalik aine saadakse düüsi vertikaalse liikumise tõttu tekkinud pausi ajal kogunenud ainest. Need kaks põhjust sai ka järeldatud esmasest katseseeriast (vt. punkt 5.4.1), mis nüüd teise katseseeria tulemuste analüüsis leidsid kinnitust.

5.7.2. Järgmise katse parameetrid

Teise katseseeriaga saavutatud fiibrite saagis 75..100% on piisav et alustada erinevate lähteainete testimist või fiibritele rakendusliku poole leidmist. Protsessi korratavuse kontrollimiseks teostatakse veel viimane katseseeria, mille tähtsamad seadistused on alljärgnevas välja toodud.

- Teise katseseeria käigus tuli korduvalt düüsi puhastada kuivanud ainest, mille tagajärjel tuli osa katseid välja prakeerida, siis stabiilsete tulemuste saamiseks peab vahetama düüsi iga seisaku järgi mis ületab 30sek või kui on visuaalselt näha lähteaine ebahütlane väljavool düüsist, düüsi otsa kuivanud aine tõttu. Käsitsi düüside valmistamine on väga ajamahukas ning täpne sisemine diameeter raske saavutada. Samuti on keerukas kontrollida sisemise diameetrit. Viimaseks katseseeriaks tuleb leida tööstuslikult valmistatud düüsid mille sisemine diameeter jääb 62µm lähedale.
- Seadme muudetavate parameetrite väärtused et saada fiibrite saagiseks 75..100% oleksid järgmised:
 Düüsi horisontaalne liikumise kiirus: 10mm/s
 Fiibrite planeeritavad pikkus: kuni 2mm
 Rõhk trassis: (3At),

5.8. Kolmas katseseeria

Teise katseseeria järgselt tehtud järeldused seadsid järgmise katseseeria parameetrikaks ette tööstuslikult valmistatud düüsi mille sisemine läbimõõt oleks 62µm lähedane. Ajamahuka töö tulemusena õnnestus hankida düüsid mille sisemine läbimõõt on soovitud suurusjärgus. Düüsi tootja andmetel on düüside sisemine diameeter 0,06mm [25].

5.8.1. Kolmanda katseseeria parameetrid ning fiibri tootmise voog

Kolmanda katseseeria idee on uurida välja töötatud parameetritega protsessi korratavust ning üritada viia fiibri diameeter alla 4µm. Kasutades kahte erinevat seadistust teostati kokku 10 katseseeriat. Seadistuse parameetrite väärtused on toodud välja tabelis nr. 10.

Tabel nr. 10

Kolmanda katseseeria parameetrid

Katse nr.	Rõhk (Atm)	Kiirus (mm/s)	Pikkus (mm)	Kiirendus (ms)	Z-telje nihe (°)	Z-telje kiirus (°/s)
1-5	3	10	1	1	10	720
6-10	3	10	2	1	10	720

Erinevus teises katseseerias kasutatud parameetrites seisneb düüsi liikumise kiiruses mis oli eelmisel katseseerial muudetav vahemikus 5 kuni 30mm/s, kuid kolmandas katseseerias konstantselt 10mm/s, samuti kasutati konstantset rõhku 3At.

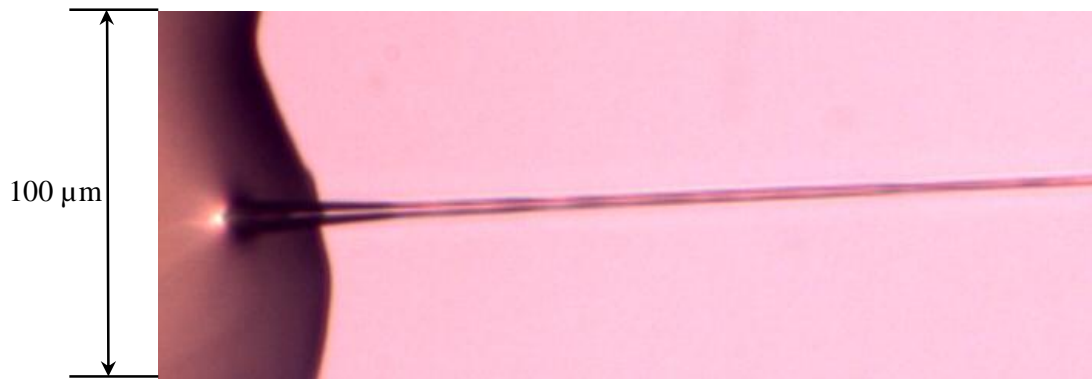
Fiibri tootmise voona on kasutusel esmases ja teises katseseerias kasutatud voog, ainuke erinevus seisneb selles, et planeeritud fiibrid on pikkustega 1mm ja 2mm.

5.8.2. Kolmanda katseseeria tulemused

Tänu kasutatud düüsi läbimõõdu vähenemisele ning kvaliteetsemale otsale, võrreldes eelmise katseseeriaga (vt. punkt 5.5.1), õnnestus mitte katkenud fiibri minimaalne diameeter viia 3,4..3,9 μ m.

Samuti saavutati 1mm pikkuste fiibrите saagiseks 90..100%. 2mm pikkustel fiibritel oli saagiseks alla 75%, seda tänu vähenenud aine pealevoolule väiksemast düüsisist kui teisel katseseerial kasutatud. Tänu düüsi kvaliteetsemale otsale ei tekkinud düüsi otsa kuivanud lähteaine ummistusi, sest düüsi otsa horisontaalsuse tõttu õnnestus düüsi surumisel vastu laboriklaasi (fiibri lõpetamise korral liigub düüs vastu laboriklaasi) vältida üleliigse lähteaine kogunemist düüsi otsa. Teises katseseerias kasutatud isevalmistatud düüsil esines düüsi ummistumisega probleeme.

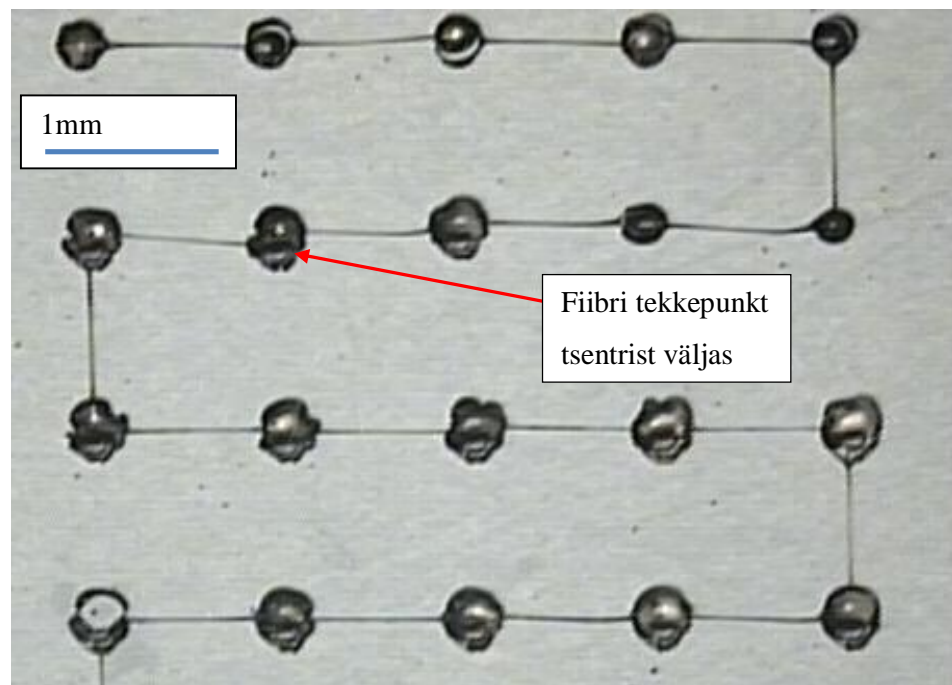
Andmaks aimu valmistatud fiibrите lähtepunktist ning kvaliteedist on lisatud kolmandas katseseerias valmistatud fiibri pilt (Pilt nr. 11). Antud pildi kogukõrguseks on 100 μ m, ning nähtava fiibri läbimõõduks 3,5 μ m. Fiibri valmistamise kvaliteeti saab hinnata fiibri ühtlase jämeduse kaudu. Pildil nr. 11 nähtaval fiibril puuduvad kuivanud ainest moodustunud jämedamad kohad, ning ta on terves oma pikkuses ühtlase jämedusega.



Pilt nr. 11 Kolmandas katseseerias saadud fiiber

Füürite saagise visualiseerimiseks on lisatud pilt (Pilt nr. 12) mis kujutab 1mm pikkuseid füübreid (pildil kokku 19tk).

Pildil nr. 12 on näha et ka tööstuslikult valmistatud düüsil esineb vähesel määral ummistumist, sellele vihjab füübrite kohatine tekkimine lähteaine täpi mitte päris tsestrist (pildil nr. 12 märgitud punase noolega).



Pilt nr. 12 Kolmanda katseseeria mittekatkenud füübrite saagis 100%

5.8.3. Kolmanda katseseeria kokkuvõte

Kolmandas katseseerias kasutusele võetud tööstuslikult valmistatud düüsi tõttu õnnestus fiibrite diameetrit vähendada võrreldes isevalmistatud düüsiga saadud 4,2..4,8 μ m pealt 3,4..3,9 μ m peale. Kasutades teises katseseerias välja töötatud parameetrite seadistust õnnestus saada mittekatkenud fiibrite saagiseks 90..100%. Lähtuvalt kolmanda katseseeria fiibrite kvaliteedi ja saagise tulemustest hinnati kasutatud düüsi ning seadistusparameetrid piisavalt heaks et alustada suurema mahulisi katsetusi fiibrite rakenduste testimiseks ning erinevate lähteainete proovimiseks.

6. Tulemused

Katseseeriade võrdlusena õnnestus vähendada fiibrite läbimõõtu esmase katseseeriaga saadud 5,5..5,8 μ m pealt (vt. punkt 5.3) 3,4..3,9 μ m peale, mis saadi viimase katseseeria tulemusena (vt. punkt 5.8). Muudetavate protsessi parameetritega (vt. punkt 5.2.1) ei õnnestunud muuta fiibri läbimõõtu, vaid fiibri läbimõõdu vähenemine saavutati düüsi sisemise diameetri vähendamise teel. Seega peab paika ka teoreetilises simulatsioonis näidatud fiibri läbimõõdu väga nõrk sõltuvus düüsi liikumise kiirusest (vt. punkt 2.3), antud sõltuvus oli liialt väike et katseseeriade tulemuste uurimisel seda märgata. Muudetavate parameetritega aga on võimalik muuta terveks jäänud fiibrite osakaalu kogu toodetud fiibrite arvust. Katseseeriatega õnnestus viia fiibrite saagis 15% pealt üle 90% peale, seda tänu protsessi parameetrite suunatud seadistamisele ja muudatustele tarkvaras (näiteks düüsi seisakute vähendamine protsessis) ning riistvaras (näiteks survetrassi ühendused). Tähtsaima tulemusena õnnestus saada alla 4 μ m läbimõõduga keraamilised fiibrid pikkusega 2mm asetatuna pinnapunktide vahele, mis kuivades ning vananedes ei purunenud.

Põhjus miks esmaste katsetega saadud jämedamad fiibrid kuivades mõranesid ning purunesid on selles, et kuna fiiber on otstest kinnitatud, siis jämedama materjali korral on kuivamisel fiibrit kokku tõmbavad jõud ülekaalus võrreldes fiibrit hoidvate jõududega.

Saavutatud hea saagis (üle 90%) tagab eelduse sellisel moel fiibrite tööstuslikuks tootmiseks. Seega on ümber lükatud tabelis nr. 1 (vt. punkt 1.1) toodud väide kasutatud meetodi mitte sobimisest tööstuslikuks tootmiseks. Hea saagise tõttu on ka võimalik hakata katsetama fiibrite järeltöötamise võimalusi.

Seadme näitajad (täpsus, telgede kiirus jne. vt. punkt 3) olid piisavad, et katsed edukalt läbi viia, samuti õnnestub tänu seadme täpsusele tekitada fiibrit laboriklaasi asemel näiteks trükkplaadil asuvatesse kontaktide punktidesse, et katsetada erinevate lähteainetega saadud fiibrite elektrilisi omadusi või tekitada fiiber valgusjuhtide otste vahele, et mõõta fiibri optilisi omadusi.

KOKKUVÕTE

Tööga saavutati seatud eesmärk, töötada välja tehnoloogia mis võimaldaks kanda fiibrilisi materjale substraadile, defineeritud pinnapunktide vahele, mis annab võimaluse tekitada fiiber juba lõplikus rakenduses kasutatava seadme pinnale.

Selle tulemini jõuti läbi seadet kontrolliva tarkvara disaini (vt. punkt 4), riistvara muutuste ja sobilikkude parameetrite leidmise. Seadmele täpsed parameetrid, millega on võimalik saavutada fiibrite saagis 75-100% leiti katseseeriade ning nende tulemuste analüüsiga, mis hõlmas esmalt parameetrite identifitseerimist (vt. punkt 5.1.1), mõjude hindamist (vt. punkt 5.6) ning lõpuks sobilike väärtuste leidmist (vt. punkt 5.7.2).

Katseseeriatega õnnestus tõestada, et antud seadmega on võimalik toota fiibreid mille läbimõõt on alla 4µm (vt. punkt 6). Sellise läbimõõduga keraamilisi fiibreid mis kuivades ja vananedes ei purune, ei ole autorile teada-olevalt õnnestunud pinnapunktide vahele sellise meetodiga siiani edukalt tekitada.

Välja töötatud fiibrite valmistamise süsteem (koosneb riistvarast, tarkvarast ning välja töötatud katseplaanidest) annab võimaluse hakata katsetama erinevaid lähteaineid fiibrite loomiseks. Samuti saab tänu heale saagisele leida fiibrite järeltötluseks sobilikud meetodid, kus terveid fiibreid on piisavalt palju, et nende järeltötluse järgselt, töötuse meetodite sobilikkuse kohta otsuseid vastu võtta.

KASUTATUD ALLIKAD

- [1] Lisa C. Klein, Springer, Sol-gel optics: processing and applications, 1994, 289-299
- [2] Ying Yang, Ian Wimpenny, Mark Ahearne, Portable nanofiber meshes dictate cell orientation throughout three-dimensional hydrogels, *Nanotechnology, Biology and Medicine*, Volume 7, Issue 2 , April 2011, 131-136
- [3] Mao-Chen Liu, Ching-Liang Dai, Manufacture of a Polyaniline Nanofiber Ammonia Sensor Integrated with a Readout Circuit Using the CMOS-MEMS Technique, *Sensors* 2009, 9, 869-880
- [4] M.R. Shahriari, Sol-gel fiber optics chemical sensors. *Optical fiber sensor technology: Volume 4*, 1999, 55-56
- [5] Andrey I. Zavalin_, H. John Caulfield, Chandra S. Vikram, Implementing minimal clock skew Directed Logic, *International Journal for Light and Electron Optics* No. 14, Volume 121, 2010
- [6] Sol-gel [WWW] <http://en.wikipedia.org/wiki/Sol-gel> (03.05.2011)
- [7] S. N. Amrinder, J. C. Wong, C. Amon, M. Sitti, „Drawing Suspended Polymer Micro/Nanofibers Using Glass Micropipettes,“ *Applied Physics Letters*, 89, 18, 183105-7 (2006).
- [8] *Processing and Fabrication of Advanced Materials, XVII: Part 8 Vol 2*, Manufacturing and mechanical performance of novel nanofiber (Yuris Dzenis) 18.11.2008, 552-555
- [9] Seeram Ramakrishna, Kazutoshi Fujihara, Wee-Eong Teo, Teik-Cheng Lim, Zuwei Ma, *An introduction to electrospinning and nanofibers*, 2005, 7
- [10] Seeram Ramakrishna, Kazutoshi Fujihara, Wee-Eong Teo, Teik-Cheng Lim, Zuwei Ma, *An introduction to electrospinning and nanofibers*, 2005, 12-13
- [11] Seeram Ramakrishna, Kazutoshi Fujihara, Wee-Eong Teo, Teik-Cheng Lim, Zuwei Ma, *An introduction to electrospinning and nanofibers*, 2005, 13-14
- [12] Seeram Ramakrishna, Kazutoshi Fujihara, Wee-Eong Teo, Teik-Cheng Lim, Zuwei Ma, *An introduction to electrospinning and nanofibers*, 2005, 15-17
- [13] Vadim G. Kessler, *Chemistry of Metal Alkoxides*, 28.02.2002
- [14] M. Ams, G. D. Marshall, P. Dekker, M. Dubov, V. K. Mezentsev, I. Bennion, and M. J. Withford, “Investigation of ultrafast laser–photonic material interactions:

- Challenges for directly written glass photonics,” IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron. 14, 1370–1377
- [15] Sakka S, Handbook of Sol-Gel Science and Technology: Processing, Characterization, and Applications (Norwell: Kluwer Academic Publishers), 2005
- [16] Mizuno T, Nagata H and Manabe S J, Attempts to avoid cracks during drying, Journal of Non-Crystalline Solids 100, 1988, 236-240
- [17] Gareth H. McKinley, Visco-elasto-capillary thinning and break-up of complex fluids, 2005, 25
- [18] Non-Newtonian fluid [WWW] http://en.wikipedia.org/wiki/Non-Newtonian_fluid (20.05.2011)
- [19] Gareth H. McKinley, Visco-elasto-capillary thinning and break-up of complex fluids, 2005, 12
- [20] Gareth H. McKinley Visco-elasto-capillary thinning and break-up of complex fluids, 2005, 27-28
- [21] General-Purpose AC Servo Model MR-J3- T servo amplifier instruction manual (CC-Link), Jun 2008, 1-13
- [22] RS-422 and RS-485 Standards [WWW] <http://focus.ti.com/lit/an/slla070d/slla070d.pdf>
- [23] Melservo Servo Amplifier Instruction manual (General-Purpose Interface) MR-J3-_A, Jun 2008, 13_3-13_16
- [24] Factorial eksperiment [WWW] http://en.wikipedia.org/wiki/Factorial_experiment (20.05.2011)
- [25] Toode 34G [WWW] <http://www.longtechs.com/en/products.asp?id=260&ii=0> (01.06.2011)
- [26] MR-J3 Servo amplifiers and motors. Advanced servo technology, Jun 2008, 13
- [27] WFiber Optic Oxygen Sensors: Theory of Operation [WWW] <http://www.oceanoptics.com/products/sensorthory.asp> (01.06.2011)
- [28] Hicham El Hamzaoui, Laurent Bigot, From molecular precursors in solution to microstructured optical fiber: a Sol-gel polymeric route, Optical Society of America, 2011
- [29] G. T. Svacha, E. Mazur, „Nanoscale nonlinear optics using silica nanowires,“ DAI-B 69/04, 2390 , 2008.

SUMMARY

Rait Rand, Technology for microfibers direct drawing. Graduation thesis. Tallinn 2011: 76 pages, 12 pictures, 10 tables, 8 charts, In Estonia.

This thesis consists of six chapters.

In this study new direct drawing technology for spinnable metal oxide fibres is presented. Main target was to create direct drawing technology for metal oxide fibres that can be used in high volume production of fibres. To achieve it, author succeeded in designing of software that controls fibre drawing machine, made changes in hardware and also created experiment plans that will be as base plans in future studies of fibre properties.

The first chapter gives overview of fibre making technologies and methods, also compares direct drawing method with other technologies. The second chapter describes rheological studies that will help to understand fibre creating process. In chapters 3 and 4 is written design process and specification of software and hardware.

The longest chapter (chapter 4) describes experiments, results of experiments and analysis of experiments results. Chapter 6 gives final conclusions about final results of experiment. In chapter 6, there is also represented result of fibre diameter that achieved to reduce to value less than $4\mu\text{m}$. Designed experiment plan gave fibre yield more than 75% for fibres, with diameter less than $4\mu\text{m}$.

Those 2 results (fibre diameter and good yield) will give almost perfect conditions to continue testing different precursors, postprocessing methods and study metal oxide fibres properties.

TÄNUAVALDUSED

Autor tänab oma juhendajaid, Dr. Tanel Tättet teaduslike nõuannete ning võimaluse eest töötada välja Tartu Ülikooli Füüsika Instituudis tehnoloogia mis võimaldab edaspidiseid uusi arenguid fiibriliste materjalide uurimisel ning Dr. Raavo Josepsoni tema abi eest antud töö teaduslikumaks ja mõistetavaks tegemisel.

Lisaks tänab autor Dr. Medhat Hussainovit, kes teostas ja aitas mõista reoloogilisi uuringuid aine voolamisest.

Suured tänud ka elektroonik Toomas Gailisele tema panuse eest elektroonika skeemide monteerimisel

1. Alkoxide-Based Precursors for Direct Drawing of Metal Oxide Micro- and Nanofibres.

T. Tätte*, M. Hussainov*, G. Kelp*, R. Rand*, J. Gorauskis**, M. Paolo*K. Hanschmid* and I. Hussainova***

* Institute of Physics, University of Tartu

Riia 142, Tartu, Estonia, medhat.hussainov@ut.ee

** Instituto de Ciencia de Materiales de Aragón C.S.I.C., University of Zaragoza
C/Pedro Cerbuna 12, Zaragoza, Spain, jonas.gorauskis@unizar.es

*** Department of Materials Technology, Tallinn University of Technology
Ehitajate 5, Tallinn, Estonia, irhus@staff.ttu.ee

ABSTRACT

In this study, the comparative analysis of different parameters of spinnable metal alkoxy precursors for metal oxide fibre drawing is presented. The precursor samples were obtained from tin 1-butoxide $\text{Sn}(\text{OBU})_4$ as a result of aqueous (AQ) and non-aqueous (NAQ) (thermolysis) treatment. Rheological tests have proved that the solvent free precursors are typical non-Newtonian fluids. Precursors obtained with the help of NAQ treatment are more elastic as compared to those prepared with AQ procedure. Surface tension (ST) measurements show that the coefficient of ST of NAQ prepared precursor is 45% lower than that of AQ prepared one. Fibres with aspect ratio up to 10000 and diameter of 200 nm were directly drawn from the NAQ precursors at room temperature in standard lab atmosphere. AQ prepared precursor allows obtaining of the fibers of minimum 500 nm in diameter with maximal aspect ratio 1000.

Keywords: tin alkoxide, sol-gel, rheology, metal oxide nanofibre

1 INTRODUCTION

Nowadays there is a well-recognized need in materials for high-tech applications such as temperature resistant layers, high refractive index materials, photonic materials, transparent electrodes, abrasives, constructing materials etc. Metal oxide ceramics may be used successfully in these applications. However, one of the limitations in wide application of these materials is difficulties in their preparation in a required shape.

The sol-gel process is of special interest because it enables to obtain different geometries by gelling the structures in suitable molds, as thin films, jets pulled into air etc [1]. The method also has many other advantages such as much lower processing temperatures as compared to powder sintering, easy doping with different additives, relative cheapness and easiness to scale up the processes. As final shape is not a task achievable just by chemical

processes then different mechanical manipulations are used to do it like dip- and spin-coating to prepare thin films, molding to achieve specific microscopic geometries or drawing (spinning) to get the fibres [2, 3].

In this study, aqueous (AQ) and non-aqueous (NAQ) [4] precursor treatments were applied to prepare precursors from $\text{Sn}(\text{OBU})_4$. Two different chemical approaches under kinetically unhindered nucleation conditions still lead for rather similar product: metal oxo alkoxides – small (partially) crystalline oxide nanoparticles, some nanometers in size, stabilized by shell of alkoxy groups [Kessler]. The precursors allow obtaining of the fibers of different minimal diameters despite of the identical conditions of drawing. Sizes of the fibers depend on rheological characteristics of liquids and surface tension that is determined by inner structure of the liquid. The aim of this study is a comparative investigation of the rheological characteristics of the spinnable precursors, which were obtained from $\text{Sn}(\text{OBU})_4$ as a result of aqueous (AQ) and non-aqueous (NAQ) treatment.

2 PRECURSOR PREPARATION

2.1 AQ condensation of $\text{Sn}(\text{OBU})_4$

Synthesis of $\text{Sn}(\text{OBU})_4$ is described elsewhere [5]. After removal of solvents in vacuum, the alkoxide was obtained as viscous syrup-like brown liquid.

Initially, 5 g alkoxide aliquots were used for precursor preparation. To initiate the condensation, water was added for the samples as 5 % solution of butanol, acidified with ~20 mg of concentrated (~35%) HCl water solution. To transform the obtained mixtures into viscous fibre drawing dopes, solvents and low molecular mass organics in materials were evacuated at 1-2 torr vacuum and 70 °C water bath. A detailed rheological analysis was performed for $\text{Sn}(\text{OBU})_4$ based samples obtained for water/alkoxide mole ratio $R = 0.7$ that exhibited the optimal properties for fibres drawing.

2.2 NAQ (Thermolysis) condensation of Sn(OBu)₄

Thermal condensation of Sn(OBu)₄ has been carried out in a rounded reaction bulb at slow temperature increase during 8 hours. The final temperature of thermolysis experiments was set 275 °C as a temperature when the system transformed into oxide. To make heat distribution uniform, a silicone oil bath was used. In order to remove volatile organics, the thermolysis was maintained at a low vacuum of about 1-5 torr. Evacuated gases were trapped in a condenser that was cooled down to the temperature of liquid nitrogen. After each removal of around 5-10% of substance mass, the bulb was back flushed with dry argon and the reaction was stopped for approximately 3 minutes for taking the precursor samples out. As a result of the experiment, 2-3 μg aliquots of 7 potential precursors (fractions 1-7) were prepared and sealed into plastic syringes for further analysis and fiber drawing tests. For rheological analysis, fraction 5 with the optimal spinnability was used. For this particular fraction Sn(OBu)₄ was heat-treated up to 170 °C under vacuum of 1 torr.

3 STRUCTURE OF PRECURSORS

SAXS determined pair distribution functions (Fig. 1) and DAMMIN 3D [6] modeling of observed scattering patterns of Sn(OBu)₄ based samples showed elongated particle shape. The particles of both AQ and NAQ prepared precursors were found to be of 3 – 5 nm in length and 2 nm in diameter. Metal oxo-alkoxides are known to exist as small ball-shaped nanoparticles [kessler], hence their elongated shape could be explained by formation of secondary particles. Such behavior of metal alkoxides is well-known [kessler] and could finally lead to gelation of system as a result of 3D solid network development. The size of a pure Sn(OBu)₄ may represents a mixture of tri- and tetramers and show dimensions of 0.9 nm in diameter and 2 nm in length.

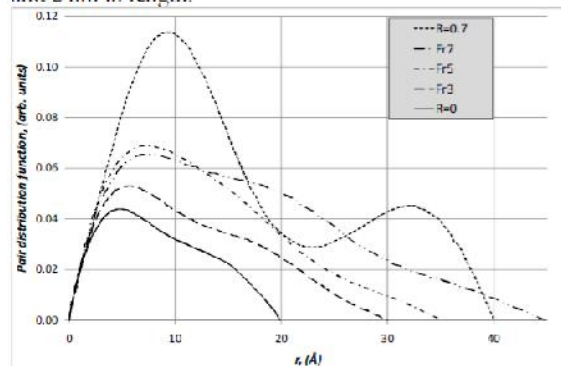


Figure 1: SAXS pair distribution functions $P(r)$ of AQ and NAQ prepared Sn(OBu)₄ precursors, measured as 10% solutions in hexane. Fr 3, Fr 5 and Fr7 marks fractions of

NAQ treated Sn(OBu)₄. R = 0.7 marks mole ratio of AQ treated Sn(OBu)₄ sample.

4 RHEOLOGICAL STUDIES

Influence of shear rate on viscosity is shown in Figure 2. It may be suggested that the synthesized initial Sn(OBu)₄, AQ and NAQ treated Sn(OBu)₄ exhibit a typical behavior of a non-Newtonian liquids. All liquids reveal a decrease in the apparent dynamic viscosity with an increase in shearing rate, which is typical for polymeric liquids and could be argued in a current case by sliding of linear-shape particles that orient and start sliding if stress is applied. Initial Sn(OBu)₄ has pronounced zero shear plateau and shear thinning may be described by Cross model

$$\eta = \frac{\eta_0 + \eta_{\infty} \cdot (K \cdot \dot{\gamma})^m}{(K \cdot \dot{\gamma})^m + 1} \quad (1)$$

Dependences of viscosity on shear rate for precursors are described by Sisko model, which is relevant for structured liquids

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0}{(K \cdot \dot{\gamma})^m} \quad (2)$$

K and m parameters of the models are given in Table 1 for the liquids studied.

Sample	K (s)	M
Sn(OBu) ₄	1.1	1.5
AQ prepared	19.33	1.37
NAQ prepared	9.82	1.30

Table 1: The values of model parameters of Sn(OBu)₄ systems.

Constant viscosity values of 0.58, 121, 273 Pa·s for initial Sn(OBu)₄, AQ and NAQ prepared Sn(OBu)₄ were obtained when the shear rates of 100 s⁻¹ was applied. The viscosity of NAQ is two times higher than AQ at high frequencies. At the same time shear thinning behavior (value of m) of AQ is more pronounced.

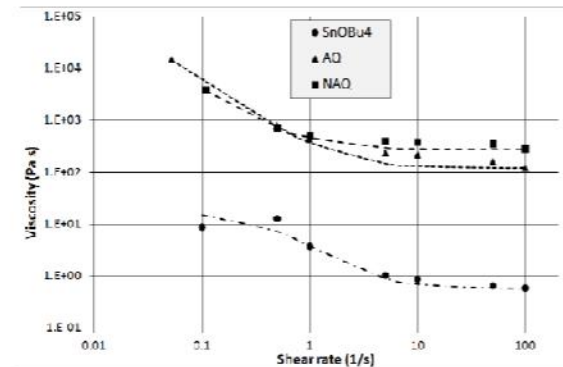


Figure 2: The viscosity values of Sn(OBu)₄ systems.

To obtain comprehensive and reliable information on the rheological state of the alkoxide systems, oscillatory measurements of viscous and elastic properties were performed. Firstly, values of storage G' (elastic response) modulus were measured to determine the linear viscoelastic region where the structure of the dispersion keeps intact. Measurements were made at frequency of 10 rad/s. Figure 3 shows that NAQ treated $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ has the widest linear viscoelastic region. Just at the strain amplitude higher than 2% the system reveals the breakdown of the network. Initial $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ and AQ treated $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ have roughly the same linear viscoelastic region of the stable network up to 0.2% strain amplitude.

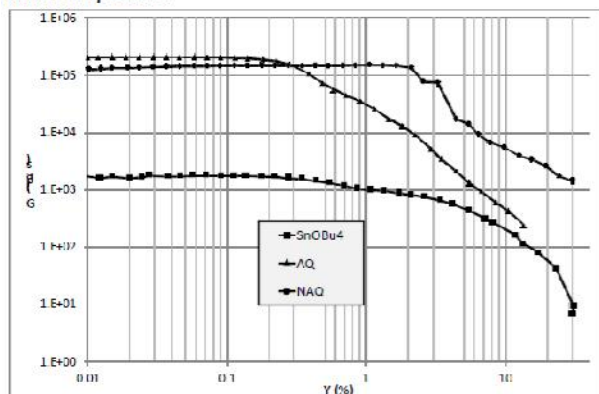


Figure 3: Determination of linear viscoelastic limit for $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ systems.

The frequency sweep results for the tin alkoxide systems at strain amplitude 0.1% (within the linear viscoelastic region) are presented in Figure 4. All the samples show excess of storage G' (elastic response) modulus over loss G'' (viscous response) modulus and the power law dependence of modulus in the examined diapason of frequency. Consequently a predominantly elastic behavior is indicated for both systems. Power exponent of storage G' modulus for AQ and NAQ are 0.14 and 0.03, respectively, while exponent of loss G'' modulus are relatively similar and equal to 0.15. Low value of exponent of storage G' modulus is related to a high elastic system [7] indicating that intermolecular cross-links of NAQ prepared precursor are stronger.

The crossover point between G' and η^* points to the fact that particle weight (MW) of NAQ precursor is somewhat larger as compared to AQ precursor at the identical value of particle weight distribution (MWD).

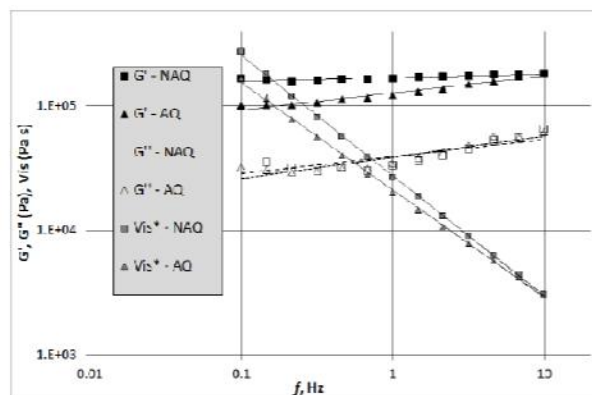


Figure 4: Viscoelastic properties (η^* ; G' ; G'') of tin alkoxide systems.

As process of fibre formation is influenced by surface tension (ST), the measurements of ST coefficients were performed for the liquids of interest. Because of high reactivity of the liquids against humidity, the tests were made in the bulbs by inverted vertical pull surface tension method as described in [8]. The initial $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$, AQ and NAQ prepared $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ exhibited the coefficient of ST of 26.6, 32.7 and 18 mN/m, respectively. Nearly twice higher of ST in AQ treated samples could be explained by stronger intermolecular forces in AQ (or what you think???) prepared precursors. We suggest that the strength of the forces between the precursor particles is defined mostly by density of oxide cores. Sn-centers laying directly on the surface of denser NAQ particles are less acetic in Lewis sense and show up less tendency to form intermolecular bonds.

5 METAL OXIDE MICRO- AND NANOFIBRES

Fibres of aspect ratio up to 10000 and diameter 200 nm were directly drawn from the precursors by different manipulations carried out at room temperature in standard lab atmosphere. The fibers, drawn from AQ treated precursor samples, have a minimum diameter of 500 nm, while fibers drawn from NAQ fractions 4 and 5 have 200 nm in diameter. Aspect ratio of fibres pulled from AQ precursor remains 1000, contrary to 10000 in the case of NAQ precursor. The fibers produced in this study possess an ultra (Fig.5) high homogeneity and low surface roughness, which guaranty their excellent wave guiding properties with loss of 0.8 dB/mm or less.

ACKNOWLEDGEMENTS

Estonian Science targeted project SF0180058s07, Estonian Science Foundation under grants ETF JD120, 7612.8377 and Estonian Nanotechnology Competence Center are acknowledged for financial support of this research.

REFERENCES

- [1] S. Sakka (Ed.), Handbook of Sol-Gel Science and Technology I-III, Springer, 2005.
- [2] T. Tätte, M. Paalo, V. Kisand, V. Reedo, A. Kartushinsky, K. Saal, U. Mäeorg, A. Lõhmus, I. Kink, Nanotechnology, vol. 18, 124501, 2007.
- [3] T. Tätte, R. Talviste, M. Paalo, A. Vorobjov, M. Part, V. Kiisk, K. Saal, A. Lõhmus, I. Kink, NSTI Nanotech 2008, 3, 109-111, 2008.
- [4] M. Niederberger and G. Garnweitner, Organic reaction pathways in the nonaqueous synthesis of metal oxide nanoparticles. Chem. Eur. J. 12, 7282-7302, 2006.
- [5] Ian M. Thomas, Method for producing stannic tertiary alkoxides, US pat. 3,946,056, 1976.
- [6] P.V. Konarev, M.V. Peroukhov, V.V. Volkov, D.I. Svergun, J. Appl. Cryst. 39, 277, 2006.
- [7] A. Ponton, S. Barboux-Doeuff, C. Sanchez, Rheology of titanium oxide based gels: determination of gelation time versus temperature. Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects 162, 177-192, 1999.
- [8] S. D. Christian, A. R. Slagle, E. E. Tucker, J. F. Scamehorn. Inverted vertical pull surface tension method. Langmuir, 14(11), 3126, 1998.

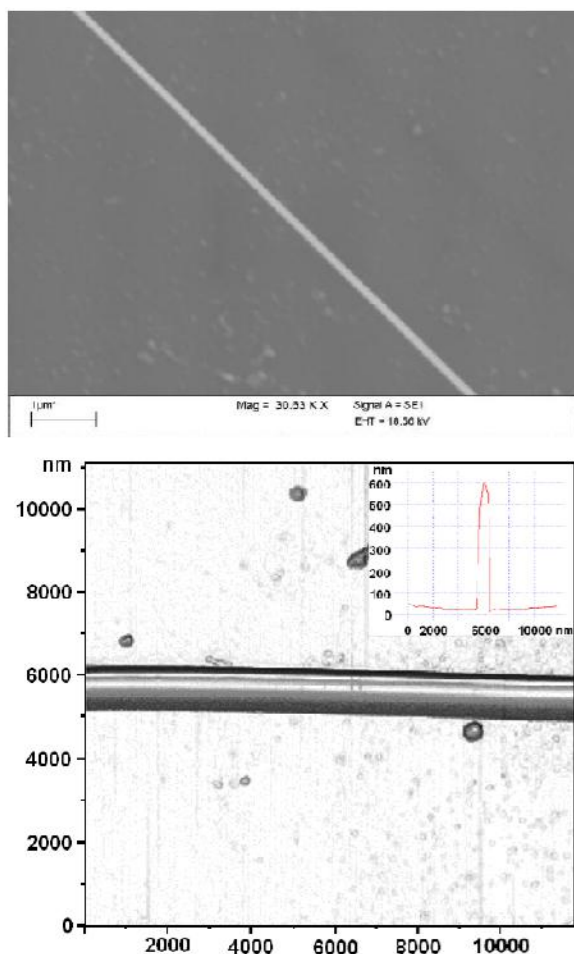


Figure 5: Images of SnO_2 fibres obtained from NAQ prepared $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ precursors.

6 CONCLUSIONS

It was shown that $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$ precursors studied in this work consist of the elongated particles of 3 – 5 μm in length and 2 nm in diameter for both AQ and NAQ prepared precursors.

Rheological tests proved that metal alkoxide oligomeric precursors are typical non-newtonian fluids. NAQ is revealing more elastic behavior as compared to AQ prepared $\text{Sn}(\text{O}i\text{Bu})_4$. Surface tension (ST) measurements show that the coefficient of ST of NAQ prepared precursor 45% lower than ST of AQ prepared one.

Under identical conditions, fibers directly drawn from NAQ prepared precursor have nano-scaled diameters of about 200 nm while fibers drawn from AQ prepared precursor have much larger diameters. Yet the aspect ratio of fibres pulled from AQ precursor remains 1000 while aspect ratio of fibers in the case of using NAQ precursor is equal to 10000.

2. Esmaste tulemuste analüüs Dr. Medhat Hussainov

I would like to present the preliminary results on the modeling of a fibers pulling process. The inputs for the calculation were obtained from the paper by T. Tette et al. (2007). The main aims of the present stage of the work are (1) modeling of Tanel's experiments and (2) attempt to explain unexpected dependence of the cone angle on pulling velocity:

$$\tan \alpha = \frac{C}{\sqrt{v_p}},$$

Method of investigation

Method of studying is numerical simulations with the help of a commercial software package Polyflow ver.3.10.4. Meshes were prepared with a program Gambit ver.2.3.16. Processing, analysis and visualization of the obtained results are made with the help of the program FieldView ver.11.1.

Pulling viscous fluids and breakup of free-surface flows

The process of the fiber formation from a viscoelastic fluid may be divided into 3 stages:

- Pulling of the fiber;
- Break-up of the fiber;
- Formation of the fiber's tip.

Each stage is characterized by specific temporal and spatial scales. The end-to-end modeling in the frame of unified model seems to be impossible.

To my mind, the results of modeling of the first stage of the process have to be the inputs for the next stage modeling and so on. The relevance of such approach is pointed by the experimental results of Tanel. Results show the strong dependence of the minimal diameter of fiber (the cone angle) on pulling velocity.

The main idea of modeling of the fiber's breaking up is that as the motion near a point of breakup gets faster, only fluid very close to that point is able to follow, making the breakup localized both in space and time.

Based on this conception, the asymptotic solution of Navier-Stokes equations just before the breakup uses two crucial simplifications:

- 1) in a local description around the point of breakup, the motion becomes "universal," thus reducing the number of relevant parameters. The motion near the singularity still depends upon only one parameter that is the length

$$\ell_v = \frac{v^2 \rho}{\gamma}, \quad (1)$$

which characterizes the internal properties of the fluid (v is the coefficient of kinematic viscosity, ρ is the density and γ is the coefficient of surface tension of the fluid).

- 2) an asymptotic analysis of the equations of motion reveals that the motion close to the singularity is self-similar, with the radius shrinking at a faster rate than the longitudinal extension of the singularity.

The solution for the minimal fiber's diameter does not depend on the pre-existing conditions (such as velocity, for example):

$$h_{\min} = 0.03 \frac{\gamma}{\rho v} \Delta t \quad (2)$$

As following from (2), the minimal diameter is influenced by the local (in time and space) viscosity and the coefficient of surface tension of the fluid. At low pulling velocity these parameters at Tanel's experiments may be changed in time and space and become somewhat different at the moment of breaking up as compared to the parameters at the beginning of the experiments. However, this fact can hardly explain the mode in which the cone angle of the fiber's tip depends on velocity. In all probability, at low velocities the minimal diameter should be even smaller due to increasing time before breaking and, hence, more intensive polymerization, and higher viscosity. This reasoning is reliable if the coefficient of surface tension is independent on degree of polymerization.

Viscoelastic fiber spinning processes.

A stationary process of fiber pulling out from a nozzle at a specified flow rate and velocity at the definite distance from a nozzle is considered. Minimal fiber's diameter depends on flow rate and pulling velocity. This problem does not directly model Tanel's experiments but allows understanding the effect of velocity and viscosity on fiber's diameter.

The results are presented in Figs. 1 and 2. Figure 1 shows the dependence of the minimal radius R_{\min} on pulling velocity. This dependence can be obtained from the law of mass conservation without any modeling. Modeling is useful when the velocity (or radius) distribution along the distance from a nozzle is important (Figure 2)

Curve in Figure 1 looks very similar to that obtained by Tanel. Unfortunately, in the paper by Tanel et al (2007) there is no detailed description of the experimental set-up. Assuming that there was a lot of liquid in "A special filament stretching device", the process of pulling may be considered as pseudo-stationary flow as mentioned above. Therefore the resulted curve obtained at experiments may be explained by the law of mass conservation.

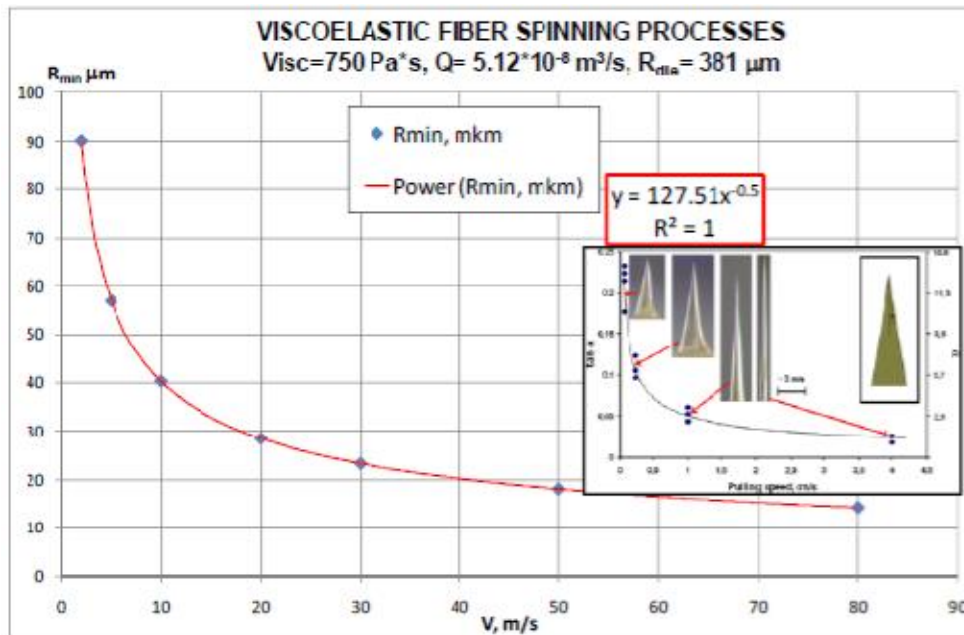


Figure 1. Dependence of the minimal radius R_{min} on pulling velocity.

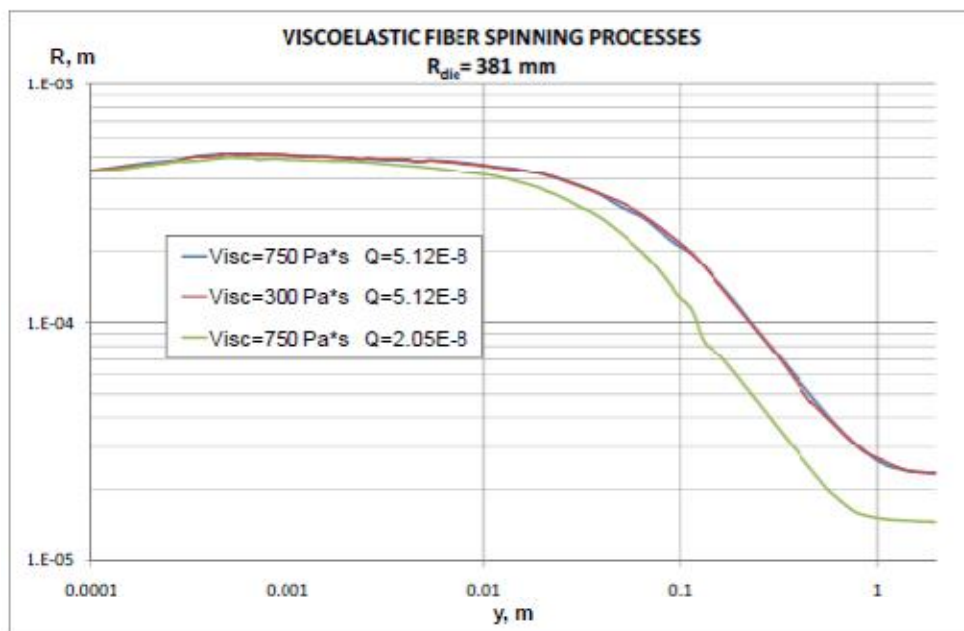


Figure 2. Dependence of the fiber radius on flow properties.

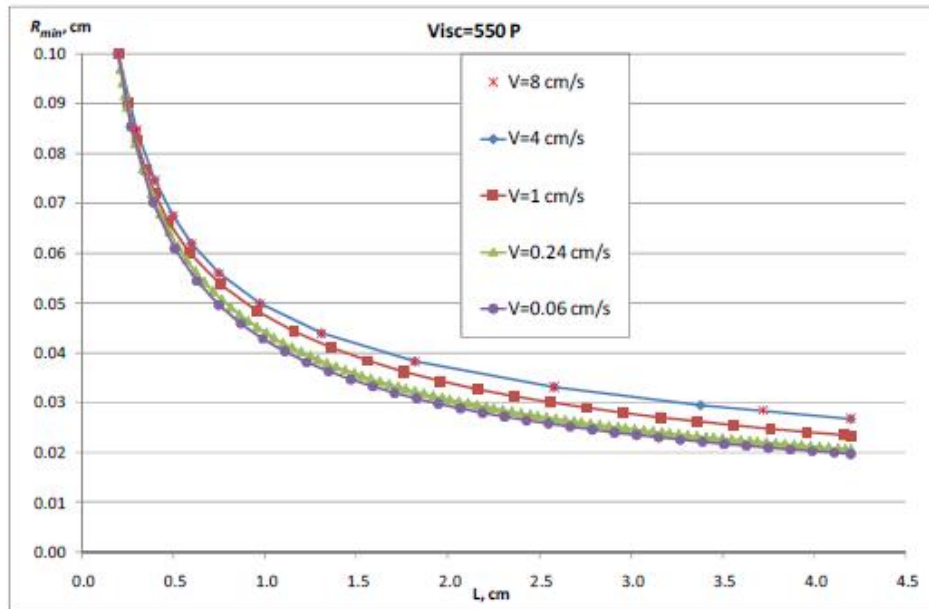


Figure 4. Dependence of minimal fiber's radius R_{min} on the fiber's length.

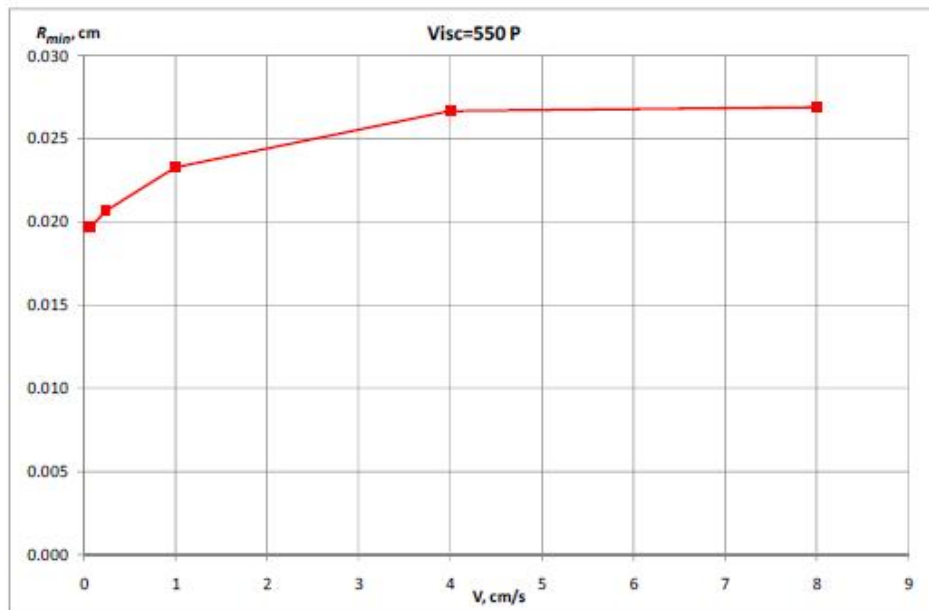


Figure 5. Dependence of minimal fiber's radius R_{min} on the pulling velocity. Constant viscosity.

Figure 6 shows R_{min} versus the fiber's length for fluid of time-dependent viscosity. As it can be seen, R_{min} is smaller at lower velocity as compared to high velocities.

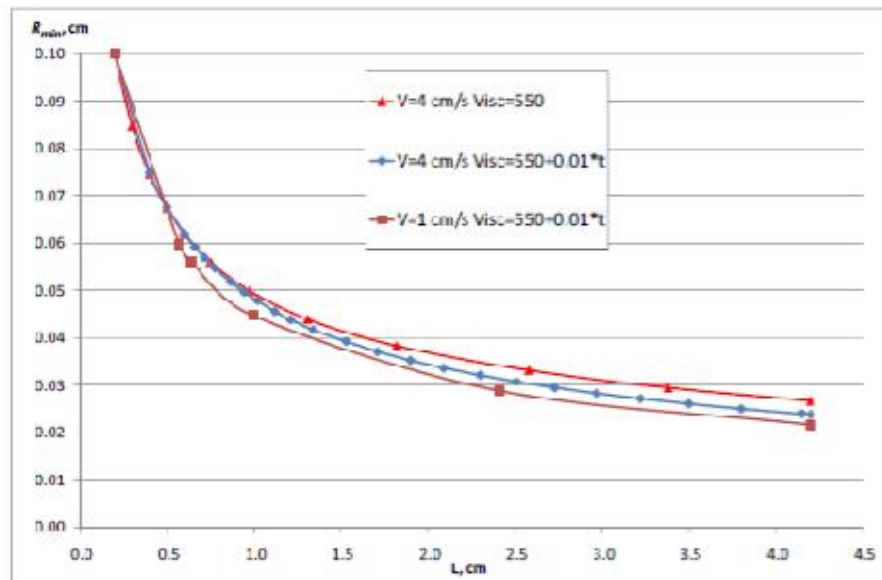


Figure 6. Dependence of minimal fiber's radius R_{min} on the fiber's length. Time-dependent viscosity.

Figure 7 shows R_{min} versus the fiber's length for power law modeled fluid viscosity. In this case R_{min} decreases along with decrease in pulling velocity.

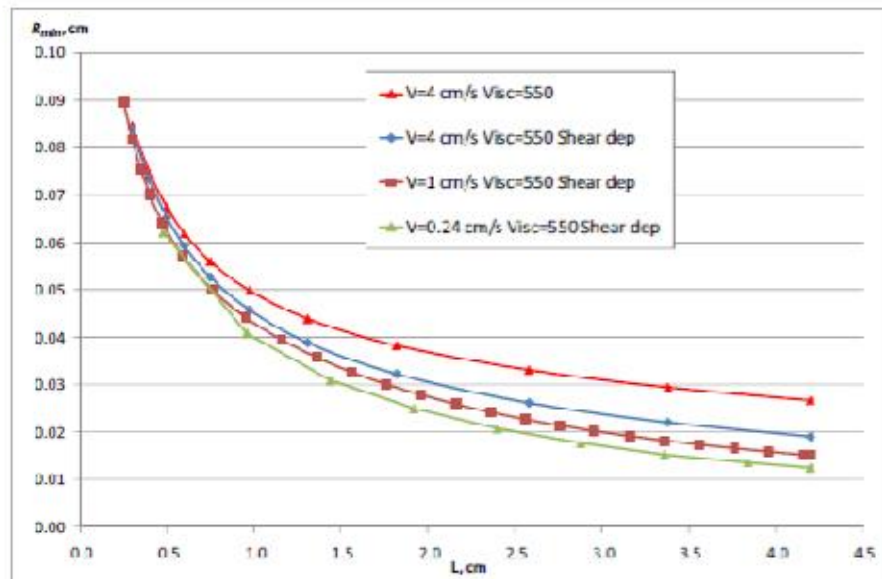


Figure 7. Dependence of minimal fiber's radius R_{min} on the fiber's length. Shear-rate dependent viscosity.

Thus, the results obtained by Tanel cannot be explained without taking into consideration the gravity and details of the process of polymerization.

The next step includes the gravity into account. Viscosity is kept constant. Calculations have been performed on the whole fiber because at low velocities the symmetry of the fiber is unbalanced, Figure 8 (computation for the half fiber domain). The initial fiber's length is 2 mm and diameter is 2 mm.

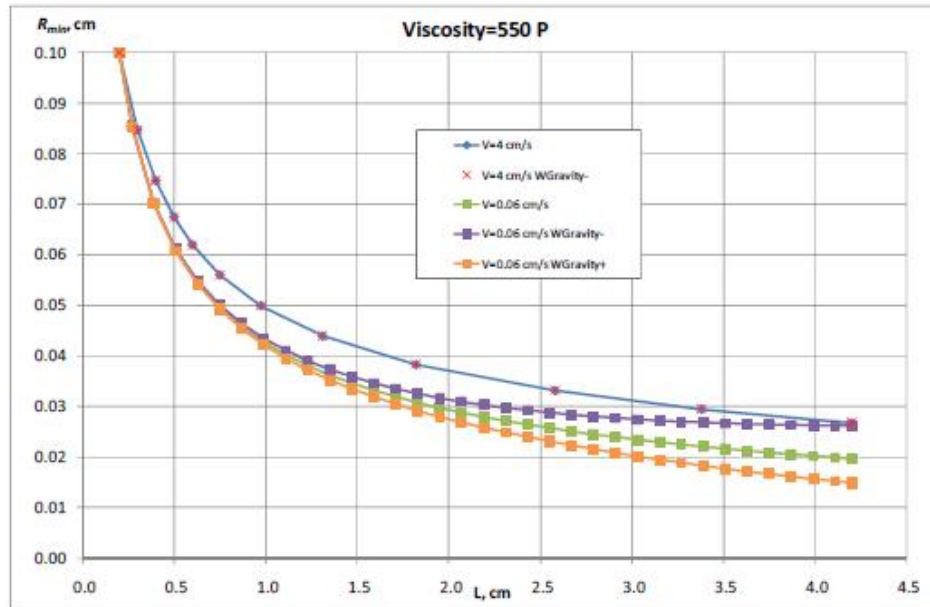


Figure 8. Effect of gravity on minimal fiber's radius R_{min} .

The initial fiber's length is 2 mm and diameter is 2 mm. The viscosity is constant and equal to 550 P. Direction of gravity is opposite to the pulling direction.

Figure 9 presents the radius change along the fiber for the pulling velocity equal 0.00375 cm/s. In the same Figure the top and bottom ends of the fiber are shown. As it can be clearly recognized from the Figure, there is no symmetry relative to the central point of the fiber.

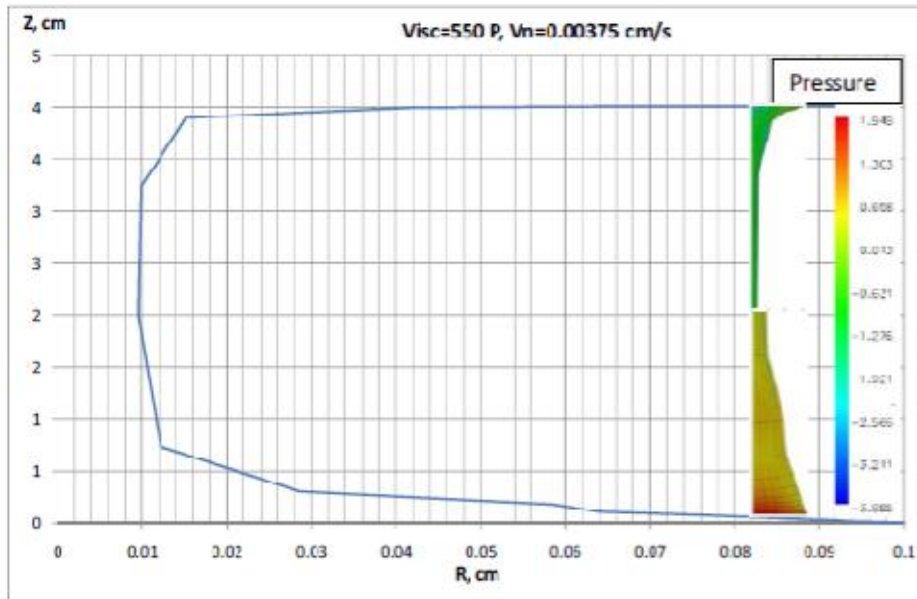


Figure 9. Radius change along the fiber pulling at velocity of 0.00375 cm/s.

Figure 10 shows the radius change along the fiber length pulling at velocity of 0.06 cm/s with and without gravity. It is obvious that gravity reduces R_{min} . Effect of gravity is higher when the velocity turns lower. For example, at velocity of 0.00375 cm/s, R_{min} (with gravity taken into consideration) decreases twice as compared with R_{min} calculated without gravity.

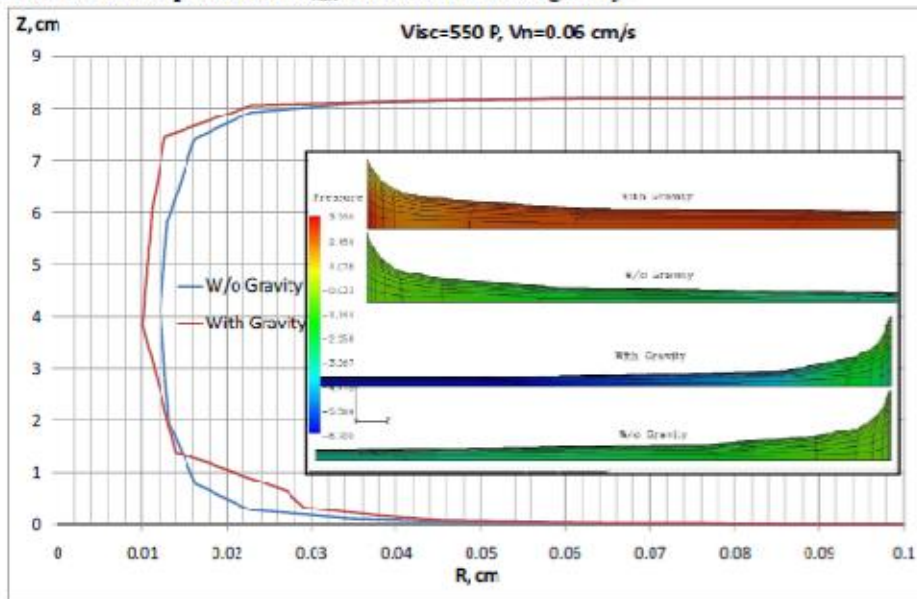


Figure 10. Radius change along the fiber length pulling at velocity of 0.06 cm/s with and without gravity

Conclusions.

The main aims of the present stage of the work were (1) modeling of Tanel's experiments and (2) attempt to explain unexpected dependence of the cone angle on pulling velocity

Computational modeling of the fiber's pulling was performed. Three viscosity models were taken into consideration. The gravity effect on the fiber formation process was considered.

The main conclusions are as following.

- At constant viscosity, the dependence of minimal fiber's radius R_{min} on the pulling velocity in the form of power law $R_{min} = C * V^{0.5}$ can be obtained from the mass conservation law at steady process of fibers spinning from nozzle at constant flow rate. {I wonder if experiment was steady or pseudo-steady?}
- Process of polymerization during the fiber's pulling was simplified to time-dependent viscosity. In the frame of such model a decrease in pulling velocity leads to reduce in the fiber's radius R_{min} .
- In the frame of the model of shear rate dependent viscosity, a decrease in pulling velocity leads to reduce in the fiber's radius R_{min} .
- Effect of gravity is only significant at low pulling velocities and taken gravity into consideration results in reduce in the fiber's radius with decrease of pulling velocity.

Therefore, the dependence of R_{min} on pulling velocity, that was obtained from Tanel's experiments, may be explained by the features of the experiment itself or by presence of more complicated processes, such as, for example, the influence of polymerization not only on fluid viscosity but on other parameters (coefficient of surface tension, modulus of elasticity, ...), also.

My future plans include:

- Incorporation of the models of polymerization into modeling and calculations of fiber's pulling process. To achieve these goals, it is necessary.
 - a. To establish the relationships between polymerization rate and humidity, temperature, oligomer concentration, etc.;
 - b. To model the influence of the polymerization rate on the fluid parameters (viscosity, coefficient of surface tension, modulus of elasticity, etc.)
- Modeling of the fiber's breaking up.

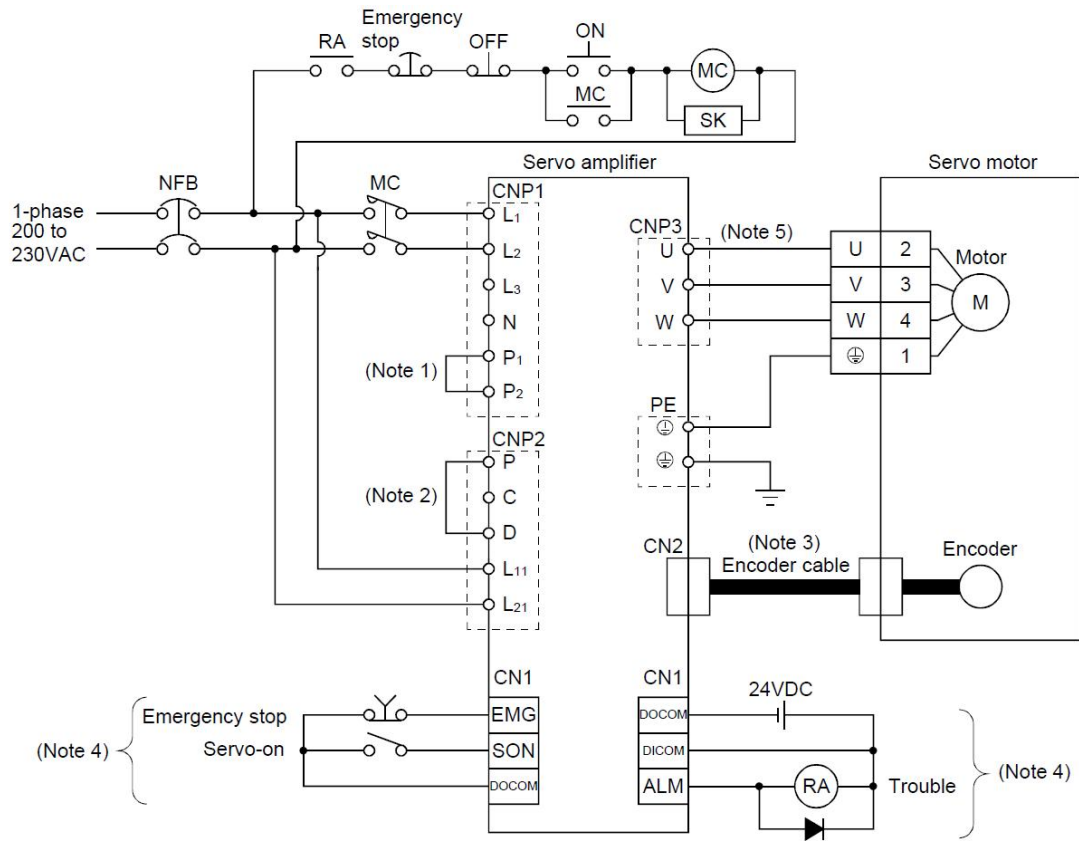
Literature

T. Tette et al. 2007. Pinching of alkoxide jets - a route for preparing nanometre level sharp oxide fibres.

Eggers, J., 1993, Phys. Rev. Lett. 71, 3458.

J. Eggers, 1997. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows.

3. Mootori ja võimendi vaheline elektriline ühendus.



4. Võimendi MR-J3-10A tootjapoolsed karakteristikud

Item		Servo Amplifier MR-J3-□																	
		10A	20A	40A	70A	100A	200A	350A	500A	700A	11KA	15KA	22KA	10A1	20A1	40A1			
Power supply	Voltage/frequency	3-phase or 1-phase 200 to 230VAC, 50/60Hz				3-phase 200 to 230VAC, 50/60Hz							1-phase 100V to 120VAC, 50/60Hz						
	Permissible voltage fluctuation	3-phase or 1-phase 200 to 230VAC: 170 to 253VAC				3-phase 170 to 253VAC							1-phase 85 to 132VAC						
	Permissible frequency fluctuation	Within ±5%																	
	Power supply capacity	Refer to section 11.2																	
	Inrush current	Refer to section 11.5																	
Control circuit power supply	Voltage, frequency	1-phase 200 to 230VAC, 50/60Hz											1-phase 100 to 120VAC, 50/60Hz						
	Permissible voltage fluctuation	1-phase 170 to 253VAC											1-phase 85 to 132VAC						
	Permissible frequency fluctuation	Within ±5%																	
	Input	30W						45W						30W					
	Inrush current	Refer to section 11.5																	
Interface power supply	Voltage, frequency	24VDC±10%																	
	Power supply capacity	(Note 1) 300mA or more																	
Control System	Sine-wave PWM control, current control system																		
Dynamic brake	Built-in						External option						Built-in						
Protective functions	Overcurrent shut-off, regenerative overvoltage shut-off, overload shut-off (electronic thermal relay), servo motor overheat protection, encoder error protection, regenerative error protection, undervoltage, instantaneous power failure protection, overspeed protection, excessive error protection																		
Position control mode	Max. input pulse frequency	1Mpps (for differential receiver), 200kpps (for open collector)																	
	Command pulse multiplying factor	Electronic gear A:1 to 1048576, B:1 to 1048576, 1/10 < A/B < 2000																	
	In-position range setting	0 to ±10000 pulse (command pulse unit)																	
	Error excessive	±3 revolutions																	
	Torque limit	Set by parameter setting or external analog input (0 to +10VDC/maximum torque)																	
Speed control mode	Speed control range	Analog speed command 1: 2000, internal speed command 1: 5000																	
	Analog speed command input	0 to ±10VDC / Rated speed																	
	Speed fluctuation ratio	±0.01% or less (load fluctuation 0 to 100%) 0% or less (power fluctuation ±10%) ±0.2% max.(ambient temperature 25±10°C) for external speed setting only																	
	Torque limit	Set by parameter setting or external analog input (0 to +10VDC/maximum torque)																	
Torque control mode	Analog torque command input	0 to ±8VDC / Maximum torque (input impedance 10 to 12kΩ)																	
	Speed limit	Set by parameter setting or external analog input (0 to ±10VDC/Rated speed)																	
Structure	Self-cooled, open (IP00)						Force-cooling, open (IP00)						Self-cooled, open (IP00)						
Environment	Ambient temperature	During operation	[°C] (Note 2) 0 to +55 (non-freezing) [°F] 32 to +131 (non-freezing)																
		In storage	[°C] -20 to +65 (non-freezing) [°F] -4 to +149 (non-freezing)																
	Ambient humidity	In operation	90%RH or less (non-condensing)																
		In storage																	
	Ambient	Indoors (no direct sunlight) Free from corrosive gas, flammable gas, oil mist, dust and dirt																	
	Altitude	Max. 1000m above sea level																	
	Vibration	5.9 [m/s ²] or less																	
Mass	[kg]	0.8	0.8	1.0	1.4	1.4	2.3	2.3	4.6	6.2	18	18	19	0.8	0.8	1.0			
	[lb]	1.8	1.8	2.2	3.1	3.1	5.071	5.071	10.1	13.7	39.68	39.68	41.88	1.8	1.8	2.2			

Note 1. 300mA is the value applicable when all I/O signals are used. The current capacity can be decreased by reducing the number of I/O points.

2. When closely mounting the servo amplifier of 3.5kW or less, operate them at the ambient temperatures of 0 to 45°C or at 75% or smaller effective load ratio.

5. Mootori HF-KP13B tootjapooldes karakteristikud

Servo motor model	HF-KP053(B) ⑥	HF-KP13(B) ⑥	HF-KP23(B) ⑥	HF-KP43(B) ⑥	HF-KP73(B) ⑥	
Servo amplifier model	MR-J3-10A/B/T	MR-J3-10A/B/T	MR-J3-20A/B/T	MR-J3-40A/B/T	MR-J3-70A/B/T	
Power facility capacity [kVA] ①	0.3	0.3	0.5	0.9	1.3	
Continuous characteristics	rated output [kW]	0.05	0.1	0.2	0.4	0.75
	rated torque [Nm]	0.16	0.32	0.64	1.3	2.4
Maximum torque [Nm]	0.48	0.95	1.9	3.8	7.2	
Rated rotation speed [rpm]	3000	3000	3000	3000	3000	
Maximum rotation speed [rpm]	6000	6000	6000	6000	6000	
Permissible instantaneous rotation speed [rpm]	6900	6900	6900	6900	6900	
Power rate at continuous rated torque [kW/s]	4.87	11.5	16.9	38.6	39.9	
Rated current [A]	0.9	0.8	1.4	2.7	5.2	
Maximum current [A]	2.7	2.4	4.2	8.1	15.6	
Moment of inertia J [$\times 10^{-4}$ kg m ²] ②	standard	0.052	0.088	0.24	0.42	1.43
	with electromagnetic brake	0.054	0.090	0.31	0.50	1.63
Regeneration braking frequency [1/min]	② (a)	② (b)	448	249	140	
Recommended load/motor inertia ratio ③	15	15	24	22	15	
Speed/position detector	18-bit encoder (resolution per encoder/servo motor rotation: 262144 p/rev.)					
Structure	Totally enclosed, non-ventilated (protection rating: IP65) ④					
Environment	ambient temperature	Operation: 0–40 °C (no freezing); Storage: -15–70 °C (no freezing)				
	ambient humidity	Operation: 80 % RH max. (no condensation); Storage: 90 % RH max. (no condensation)				
	atmosphere	Indoors (no direct sunlight); no corrosive gas, no inflammable gas, no oil mist, no dust				
	elevation/vibration ⑤	1000 m or less above sea level; X: 49 m/s ² , Y: 49 m/s ²				
Weight [kg]	standard motor ⑥	0.35	0.56	0.94	1.5	2.9
	(without brake) Art. no.	161507	160211	161508	161509	161510

① The power facility capacity varies depending on the power supply's impedance.

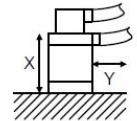
② The regenerative braking frequency shown is the permissible frequency for decelerating a stand-alone motor from rated rpm to a stop. When under load, however, the value becomes the table value divided by (m+1) where m is the load inertia moment divided by the motor inertia moment. When the rated rpm is exceeded, the regenerative brake frequency is inversely proportional to the square of (operating speed/rated speed). When the operating speed varies frequently or when regeneration is constant (as with vertical feeds), find the regeneration heat generated (W) while operating. The heat should not exceed the tolerable regenerative power (W). Refer to the section "OPTIONS AND PERIPHERAL EQUIPMENT" in this catalog for details on the tolerable regenerative power (W). Optimal regenerative resistor varies for each system. Select the most suitable regenerative resistor by using the capacity selection software.
(a)/(b) When a motor decelerates to a stop from the rated speed, the regenerative frequency will not be limited if the effective torque is within the rated torque range. When a motor decelerates to a stop from the maximum speed, the regenerative frequency will not be limited if the load inertia moment is (a) 26-fold (b) 15-fold or less and the effective torque is within the rated torque range.

③ Please contact Mitsubishi if the load/motor of inertia moment ratio exceeds the value in the table

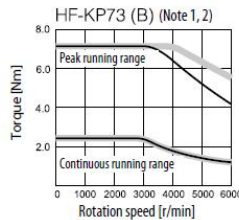
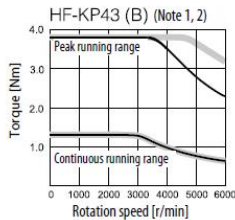
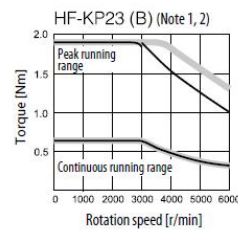
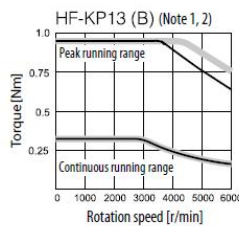
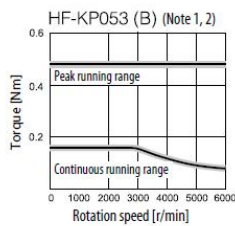
④ The shaft-through portion is excluded.

⑤ The vibration direction is shown in the right side diagram. The numeric value indicates the maximum value of the component (commonly the bracket on the antiload side). Fretting of the bearing occurs easily when the motor stops, so please maintain vibration to approximately one-half the allowable value.

⑥ For servo motors with electromagnetic brake please refer to page 22.



HF-KP Series Servo Motor Torque Characteristics



Notes:
1. — : For 3-phase 200 V AC or 1-phase 230 V AC.
2. — : For 1-phase 200 V AC.

6. Võimendi detailne seadistus

No.	Symbol	Name	Value	Unit	Setting range
PA01	*STY	Control mode	0001		0000-0235h
PA02	*REG	Regenerative brake option	0000		0000-000Ah
PA03	*ABS	Absolute position detection system	0000		0000-0004h
PA04	*AOP1	Function selection A-1	0000		0000-0011h
PA05	*FBP	Number of command input pulses per revolution	0		0/1000-50000
PA06	CMX	Gearing numerator (com. pulse factor numerator)	1		1-1048576
PA07	CDV	Gearing denominator (com. pulse factor denominator)	1		1-1048576
PA08	ATU	Auto tuning	0003		0000-0003h
PA09	RSP	Auto tuning response	12		1-32
PA10	INP	In-position range	1000	pulse cmd unit	0-10000
PA11	TLP	Forward torque limit	100.0	%	0.0-100.0
PA12	TLN	Reverse torque limit	75.0	%	0.0-100.0
PA13	*PLSS	Selection of servo motor stop pattern at LSP/LSN signal off	0		0000-0712h
PA14	*POL	Rotation direction selection	0		0-1
PA15	*ENR	Encoder output pulses	50000	pulse/rev	1-100000
PA16	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PA17	*MSR	For manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PA18	*MTY	For manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PA19	*BLK	Parameter write inhibit	000C		0000-FFFFh
PB01	FILT	Adaptive tuning mode (Adaptive filter 2)	0		0000-0002h
PB02	VRFT	Vibration suppression control filter tuning mode	0		0000-0002h
PB03	PST	Pos. com. acc./dec. time con. (position smoothing)	0	ms	0-20000
PB04	FFC	Feed forward gain	0	%	0-100
PB05	FFCF	For manufacturer setting	500	rad/s	10-4500
PB06	GD2	Ratio of load inertia moment to servo motor inertia moment	7.0	times	0.0-300.0
PB07	PG1	Model loop gain	24	rad/s	1-2000
PB08	PG2	Position loop gain	37	rad/s	1-1000
PB09	VG2	Speed loop gain	823	rad/s	20-50000
PB10	VIC	Speed integral compensation	33.7	ms	0.1-1000.0
PB11	VDC	Speed differential compensation	980		0-1000
PB12	OVA	For manufacturer setting	0	%	0-100
PB13	NH1	Machine resonance suppression filter 1	4500	Hz	100-4500
PB14	NHQ1	Notch form selection 1	0000		0000-0330h
PB15	NH2	Machine resonance suppression filter 2	4500	Hz	100-4500
PB16	NHQ2	Notch form selection 2	0000		0000-0331h
PB17	NHF	For manufacturer setting	0104		0000-031Fh
PB18	LPF	Low-pass filter	3141	rad/s	100-18000
PB19	VRF1	Vibration suppression control vibration frequency setting	100.0	Hz	0.1-100.0
PB20	VRF2	Vibration suppression control resonance frequency setting	100.0	Hz	0.1-100.0
PB21	VRF3	For manufacturer setting	0.00		0.00-1.00

PB22	VRF4	For manufacturer setting	0.00		0.00-1.00
PB23	VFBF	Low-pass filter selection	0000		0000-0011h
PB24	*MVS	Slight vibration suppression control selection	0000		0000-0021h
PB25	*BOP1	Function selection B-1	0000		0000-1F12h
PB26	*CDP	Gain changing selection	0000		0000-0014h
PB27	CDL	Gain changing condition	10		0-9999
PB28	CDT	Gain changing time constant	1	ms	0-100
PB29	GD2B	Gain changing rat. of load inertia to mot. Inertia	7.0	times	0.0-300.0
PB30	PG2B	Gain changing position loop gain	37	rad/s	1-2000
PB31	VG2B	Gain changing speed loop gain	823	rad/s	20-50000
PB32	VICB	Gain changing speed integral compensation	33.7	ms	0.1-5000.0
PB33	VRF1B	Gain changing vib. supp. cont vib. freq. Setting	100.0	Hz	0.1-100.0
PB34	VRF2B	Gain changing vib. supp. cont res. freq. Setting	100.0	Hz	0.1-100.0
PB35	VRF3B	For manufacturer setting	0.00		0.00-1.00
PB36	VRF4B	For manufacturer setting	0.00		0.00-1.00
PB37	VPI	For manufacturer setting	100	pulse	0-32767
PB38	TGW1	For manufacturer setting	0.0		0.0-20.0
PB39	TGW2	For manufacturer setting	0.0		0.0-20.0
PB40	TGW3	For manufacturer setting	0.0		0.0-20.0
PB41	VRFF1	For manufacturer setting	1125	Hz	1-1125
PB42	VRFF2	For manufacturer setting	1125	Hz	1-1125
PB43	VRFQ	For manufacturer setting	0004		0000-0304h
PB44	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PB45	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC01	STA	Acceleration time constant	15	ms	0-50000
PC02	STB	Deceleration time constant	0	ms	0-50000
PC03	STC	S-pattern acceleration/deceleration time constant	0	ms	0-1000
PC04	TQC	Torque command time constant	0	ms	0-20000
PC05	SC1	Internal speed command 1	100	r/min	0-50000
PC06	SC2	Internal speed command 2	500	r/min	0-50000
PC07	SC3	Internal speed command 3	1000	r/min	0-50000
PC08	SC4	Internal speed command 4	200	r/min	0-50000
PC09	SC5	Internal speed command 5	300	r/min	0-50000
PC10	SC6	Internal speed command 6	500	r/min	0-50000
PC11	SC7	Internal speed command 7	800	r/min	0-50000
PC12	VCM	Analog speed command maximum speed	0	r/min	0-50000
PC13	TLC	Analog torque command maximum output	100.0	%	0.0-1000.0
PC14	MOD1	Analog monitor output 1	0000		0000-041Fh
PC15	MOD2	Analog monitor output 2	0001		0000-041Fh
PC16	MBR	Electromagnetic brake sequence output	100	ms	0-1000
PC17	ZSP	Zero speed	50	r/min	0-10000
PC18	*BPS	Alarm history clear	0000		0000-0001h
PC19	*ENRS	Encoder output pulses selection	0000		0000-0021h

PC20	*SNO	Station number setting	0	station	0-31
PC21	*SOP	communication function selection	0040		0000-0150h
PC22	*COP1	Function selection C-1	0000		0000-1111h
PC23	*COP2	Function selection C-2	0000		0000-1511h
PC24	*COP3	Function selection C-3	0000		0000-0061h
PC25	*COP4	For manufacturer setting	0000		0000-0111h
PC26	*COP5	Function selection C-5	0000		0000-0111h
PC27	*COP6	For manufacturer setting	0000		0000-1111h
PC28	*COP7	For manufacturer setting	0000		0000-0000h
PC29	*COP8	For manufacturer setting	0000		0000-0001h
PC30	STA2	Acceleration time constant 2	0	ms	0-50000
PC31	STB2	Deceleration time constant 2	0	ms	0-50000
PC32	CMX2	Command pulse multiplying factor numerator 2		1	1-65535
PC33	CMX3	Command pulse multiplying factor numerator 3		1	1-65535
PC34	CMX4	Command pulse multiplying factor numerator 4		1	1-65535
PC35	TL2	Internal torque limit 2	100.0	%	0.0-100.0
PC36	*DMD	Status display selection	0000		0000-011Fh
PC37	VCO	Analog speed command offset	0	mV	-1998
PC38	TPO	Analog torque command offset	0	mV	-1998
PC39	MO1	Analog monitor 1 offset	0	mV	-1998
PC40	MO2	Analog monitor 2 offset	0	mV	-1998
PC41	MOSD1	For manufacturer setting	0	pulse	-1048576-1048575
PC42	MOSD2	For manufacturer setting	0	pulse	-1048576-1048575
PC43	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC44	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC45	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC46	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC47	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC48	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC49	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PC50	For	manufacturer setting	0000		0000-FFFFh
PD01	*DIA1	Input signal automatic ON selection 1		4	0000-0FFFh
PD02	*DIA2	For manufacturer setting	0000		0000-0000h
PD03	*DI1	Input signal device selection 1 (CN1-15)	20202		00000000-003F3F3Fh
PD04	*DI2	Input signal device selection 2 (CN1-16)	212100		00000000-003F3F3Fh
PD05	*DI3	Input signal device selection 3 (CN1-17)	70704		00000000-003F3F3Fh
PD06	*DI4	Input signal device selection 4 (CN1-18)	80805		00000000-003F3F3Fh
PD07	*DI5	Input signal device selection 5 (CN1-19)	30303		00000000-003F3F3Fh

PD08	*DI6	Input signal device selection 6 (CN1-41)	202006	00000000-003F3F3Fh
PD09	*DI7	For manufacturer setting	00000000	00000000-00000000h
PD10	*DI8	Input signal device selection 8 (CN1-43)	00000A0A	00000000-003F3F3Fh
PD11	*DI9	Input signal device selection 9 (CN1-44)	00000B0B	00000000-003F3F3Fh
PD12	*DI10	Input signal device selection 10 (CN1-45)	232323	00000000-003F3F3Fh
PD13	*DO1	Output signal device selection 1 (CN1-22)	4	0000-3F3Fh
PD14	*DO2	Output signal device selection 2 (CN1-23)	000C	0000-3F3Fh
PD15	*DO3	Output signal device selection 3 (CN1-24)	4	0000-3F3Fh
PD16	*DO4	Output signal device selection 4 (CN1-25)	7	0000-3F3Fh
PD17	*DO5	For manufacturer setting	0003	0003-0003h
PD18	*DO6	Output signal device selection 6 (CN1-49)	2	0000-3F3Fh
PD19	*DIF	Response level setting	0002	0000-0113h
PD20	*DOP1	Function selection D-1	0000	0000-0011h
PD21	*DOP2	For manufacturer setting	0000	0000-0011h
PD22	*DOP3	Function selection D-3	0000	0000-0111h
PD23	*DOP4	For manufacturer setting	0000	0000-0211h
PD24	*DOP5	Function selection D-5	0000	0000-0111h
PD25	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh
PD26	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh
PD27	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh
PD28	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh
PD29	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh
PD30	For	manufacturer setting	0000	0000-FFFFh